

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Physique appliquée**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Stéphane GARCIA

Thèse dirigée par **Bernard ROUSSET**

préparée au sein du **CEA/DSM/INAC/SBT**
et de l'école doctorale **de Physique de Grenoble**

Production d'hydrogène solide sous forme de films de taille micronique

Thèse soutenue publiquement le **6 novembre 2015**,
devant le jury composé de :

Monsieur Pierre-Etienne Wolf

Directeur de recherche, CNRS Grenoble, Président

Monsieur Julien Fuchs

Directeur de recherche, CNRS Palaiseau, Rapporteur

Monsieur Grégoire Bonfait

Professeur, Universidade Nova de Lisboa, Rapporteur

Monsieur François Sylla

PDG de SourceLAB, Palaiseau, Membre

Monsieur Dimitri Batani

Professeur, Université de Bordeaux, Membre

Monsieur Bernard Rousset

Expert senior, CEA Grenoble, Directeur de thèse

Monsieur Mathieu Gibert

Chercheur, CNRS Grenoble, Encadrant

Monsieur Denis Chatain

Ingénieur chercheur, CEA Grenoble, Encadrant



À mon grand-père,
À mes parents,
Et à toute ma famille.

Table des matières

Remerciements	9
Introduction	11
Généralités sur l'hydrogène	11
Organisation du manuscrit	15
1 État de l'art	17
1.1 L'intérêt des cibles d'hydrogène	18
1.1.1 La cinématique inverse	18
1.1.2 L'accélération par laser	19
1.1.3 Les applications de l'interaction laser-plasma	24
1.1.3.1 Une application militaire : le LMJ	24
1.1.3.2 La génération de rayons X et γ	25
1.1.3.3 Le chauffage isochore	25
1.1.3.4 La protonthérapie	26
1.2 Les cibles d'hydrogène existantes	28
1.2.1 Les cibles du GANIL	29
1.2.2 SH TRICK	29
1.2.3 Les cibles du GSI	32
1.2.4 Les cibles bi-couches	32
1.2.5 RIKEN ultra-thin target	33
1.2.6 CHYMÈNE	34
1.3 Les cibles développées dans le cadre de cette thèse	36
1.4 Synthèse et Objectifs	37

2	Expérimentations	39
2.1	Dispositifs expérimentaux	40
2.1.1	le cryostat SOPHIE	40
2.1.1.1	Présentation générale	40
2.1.1.2	Principe d'extrusion de SOPHIE	42
2.1.1.3	Descriptif de l'installation	44
2.1.1.4	Dimensionnement de la cellule	53
2.1.1.5	Comportements de l'hydrogène dans la cellule	58
2.1.2	Le cryostat ELISE	65
2.1.2.1	Présentation générale	65
2.1.2.2	Dimensionnement thermique	66
2.1.2.3	Descriptif de l'installation	66
2.1.2.4	La cellule	70
2.1.2.5	Les buses	70
2.2	Système de régulation	72
2.2.1	Description générale	73
2.2.1.1	Équations utilisées	73
2.2.1.2	Modélisation du système complet	75
2.2.2	Modélisation de SOPHIE	76
2.3	Conclusion	77
3	Résultats et Caractérisations	79
3.1	Caractérisations	80
3.1.1	Visualisation	80
3.1.1.1	Les caméras	80
3.1.1.2	Les objectifs	83
3.1.1.3	Le système d'éclairage	86
3.1.2	Mesure d'épaisseur	86
3.1.2.1	Description générale	86
3.1.2.2	Principe de la mesure	87
3.1.2.3	Mesure indirecte de l'épaisseur	94
3.1.3	Mesure de vitesse d'écoulement	96
3.1.3.1	Principe de la mesure	97
3.1.3.2	Mesure de débit	103

3.2	Résultats et discussions	104
3.2.1	SOPHIE	104
3.2.1.1	Buse cylindrique	104
3.2.1.2	Buse rectangulaire	108
3.2.2	ELISE	112
3.2.2.1	Buse rectangulaire	112
3.2.2.2	Limitation concernant la mesure de vitesse	113
3.3	Conclusion	116
4	Simulations numériques	117
4.1	Approche qualitative	118
4.1.1	Physique de l'écoulement	118
4.1.1.1	Équations de Navier Stokes en régime stationnaire . .	118
4.1.1.2	Comportement de fluides non-newtoniens	119
4.1.2	Modèle d'Herschel-Buckley	120
4.2	Modélisation par éléments finis	121
4.2.1	Modèle	121
4.2.1.1	Géométrie	121
4.2.1.2	Données matériaux	123
4.2.1.3	Conditions aux limites	123
4.2.2	Loi d'Herschel-Bulkley implantée dans CFX	123
4.2.3	Modèle dédié	126
4.2.3.1	Comportement en température	128
4.2.3.2	Sensibilité à l'exposant	128
4.2.3.3	Application à une autre buse	129
4.2.3.4	Limites du modèle	130
4.3	Conclusion	131
5	Conclusion et Perspectives	133
5.1	Conclusion	134
5.2	Perspectives	135
5.2.1	Futures actions à mener	135
5.2.1.1	Moyen d'acquisition et de traitement des images	135
5.2.1.2	Caractérisation d'épaisseur par focalisation lumineuse .	136

5.2.1.3	Caractérisation d'épaisseur par transmission alpha . .	136
5.2.1.4	Cryostat de caractérisation rhéologique	137
5.2.1.5	Cryostat "Plug-and-Play"	137
5.2.1.6	Poursuite des calculs numériques	137
5.2.2	Applications	138
Annexes		141
A DESP		143
B Calculs par éléments finis		145
C Mesure d'épaisseur par transmission d'énergie alpha		147
D Mesure d'épaisseur par focalisation lumineuse		149
E Campagne expérimentale typique		151
Bibliographie		153
Table des figures		159
Nomenclature		169
Publications liées au manuscrit		171
Résumés		174

Remerciements

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont de près ou de loin participé à la réussite de cette thèse et à la rédaction de ce manuscrit.

Dans un premier temps, je tiens à remercier Alain Girard et Lionel Duband, de m'avoir accueilli au sein du Service des Basses Températures (SBT) du CEA Grenoble et de m'avoir proposé ce sujet de thèse qui m'a occupé d'une fort belle manière pendant ces 3 dernières années. Je remercie également François Viargues, chef du Laboratoire Cryogénie et Fusion (LCF) de m'avoir accueilli dans son équipe dans laquelle j'ai pu m'intégrer et prendre beaucoup de plaisir à apprendre, découvrir et expérimenter.

Il n'y aurait bien évidemment pas de thèse sans directeur de thèse ! A ce titre je remercie chaleureusement Bernard Rousset qui a tenu ce rôle et m'a apporté une rigueur scientifique qui me faisait quelque fois défaut.

Au sein de cette équipe du LCF, je remercie tout particulièrement Denis Chatain, qui a été mon encadrant au quotidien et sans qui cette thèse n'aurait pas eu du tout le même rendu. Il m'a énormément apporté au cours de ces 3 ans, aussi bien au niveau scientifique et expérimental qu'au niveau humain. Il lui a notamment fallu faire preuve de beaucoup de calme, de patience, de pédagogie et de bonne humeur pour réussir à me supporter tous les jours durant toute cette période. Encore merci pour sa grande disponibilité.

Merci à Mathieu Gibert pour son apport scientifique, son aide sur les calculs numériques, ainsi que pour les expériences que l'on a pu réaliser ensemble au CNRS. Merci également à Nicolas Luchier pour son aide et les calculs numériques qu'il a réalisés.

Je remercie également Pierre Dalban-Moreynas et Julien Inigo de nous avoir assistés lors de la préparation et la réalisation des expériences ainsi que Bertrand Rollet et Florian Bancel, du bureau d'étude, pour leurs implications lors des phases de conception.

Merci à ceux qui ont participé activement à la relecture de cette thèse, notamment Denis, Mathieu, Bernard et Nicolas

Je remercie également Michèle Moucot et Fany Boussard, du secrétariat du SBT, pour toute l'aide que vous m'avez apportée afin que je puisse m'y retrouver dans les méandres administratifs du CEA.

Merci à tous les membres du SBT pour toutes les choses que vous avez pu me transmettre et m'apporter, toujours dans la joie et la bonne humeur, aussi bien pendant les heures de travail qu'à l'extérieur !

Et enfin je tiens à remercier mes parents pour leur soutien, tant financier que moral, durant ces huit longues années d'études supérieures.

Introduction

Généralités sur l'hydrogène

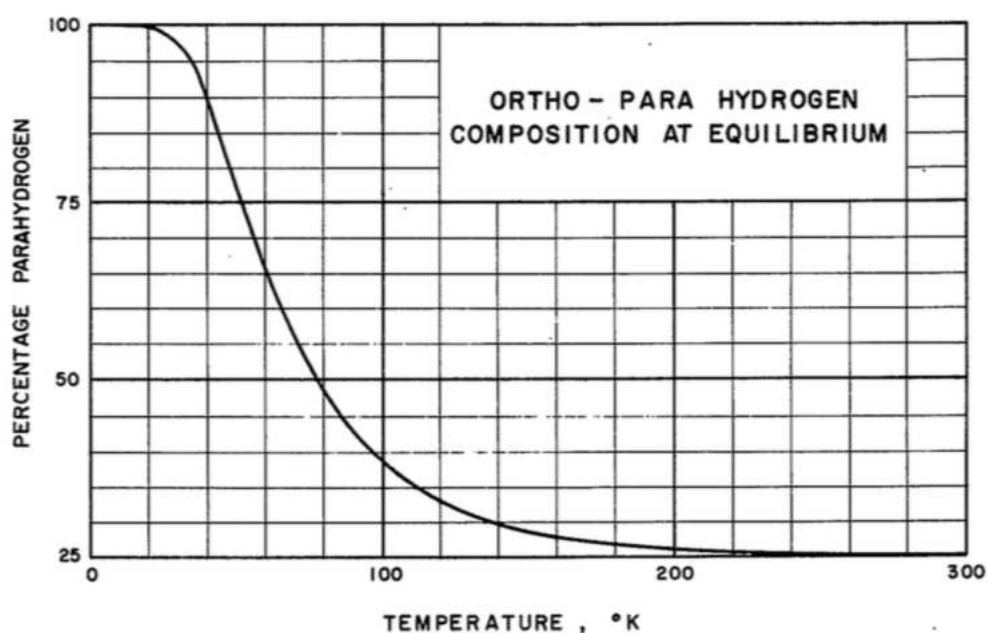
Cette thèse porte sur la production de films d'hydrogène solide. Quelques particularités de ce matériau sont présentées dans cette introduction, afin de permettre au lecteur de se familiariser avec ce composé.

L'hydrogène, de symbole H, est l'élément baryonique le plus simple, le plus léger et le plus abondant de l'univers : il en représente 75 % en masse et 92 % en nombre d'atomes. L'atome d'hydrogène n'existe cependant pas à l'état libre. L'ion H^+ est la forme la plus abondante de cet élément dans l'univers. Il est présent dans les plasmas des nuages interstellaires. Sur terre, on le trouve sous forme de molécules de dihydrogène H_2 . Par abus de langage, en parlant de l'hydrogène, c'est à cette molécule de dihydrogène que l'on fait référence. Ce sera également le cas tout au long de ce manuscrit de thèse.

L'isotope stable le plus abondant sur terre (~ 99.98 % par rapport au nombre total de ses isotopes) de l'atome d'hydrogène est constitué d'un unique proton et est appelé hydrogène léger. Le deutérium est quant à lui constitué d'un proton et d'un neutron et est en moyenne présent sur terre à ~ 0.0015 % par rapport au nombre total de ses isotopes, principalement sous forme d'eau deutérée (D_2O). Ce sont les deux seuls isotopes stables connus à ce jour. Viennent ensuite le tritium (2 neutrons), le quadrium (3 neutrons) et l'hydrogène 7 (6 neutrons) qui sont instables et ont des demi-vies respectivement de l'ordre de 12,32 ans, $1,39 \times 10^{-22}$ s, et 10^{-21} s. Ce dernier n'a été découvert que récemment [1] [2].

Selon l'orientation des spins de la molécule d'hydrogène H_2 , les propriétés thermodynamiques du composé peuvent varier. Si les spins sont orientés dans le même sens, on est en présence d'ortho-hydrogène, tandis que s'ils sont de sens opposé, il s'agit de para-hydrogène. A température ambiante, l'hydrogène que l'on qualifie de "normal" à

l'équilibre est constitué de 75 % d'ortho-hydrogène et de 25 % de para-hydrogène. À mesure que la température diminue, cette proportion évolue jusqu'à atteindre quasiment 100 % de para-hydrogène à la température de l'hydrogène solide, comme le montre la figure 1. La constante de temps de cette transformation est de l'ordre de quelques dizaines d'heures [3]. Comme nous pourrions le voir dans le chapitre 2, aucun impact dû à ce changement ortho-para n'a été observé expérimentalement sur le comportement lors des extrusions, qui ont duré jusqu'à 7 heures.



Reprinted from NBS Report 8812

FIGURE 1 – Composition ortho-para de l'hydrogène à l'équilibre en fonction de la température

Dans les Conditions Normales de Température et de Pression (273,15 K, 1 atm), l'hydrogène est un gaz incolore, inodore, inflammable, et extrêmement volatile, compte tenu de sa très faible masse. C'est la raison pour laquelle la gravité terrestre ne peut le retenir, et qu'il n'est présent qu'à raison de quelques 0,5 ppm dans l'air.

Comme nous pouvons le voir sur le diagramme de phase en figure 2, en abaissant la température à des valeurs cryogéniques, il est possible de le stocker sous forme liquide ou solide ce qui permet d'augmenter la densité volumique d'énergie disponible d'un facteur 1000 environ. Ce diagramme est tracé pour du normal hydrogène à l'équilibre

thermodynamique. Les deux formes ont des propriétés physico-chimiques légèrement différentes. Par exemple, le point de fusion et le point d'ébullition du para-hydrogène sont environ 0,1 K plus bas que ceux de l'ortho-hydrogène.

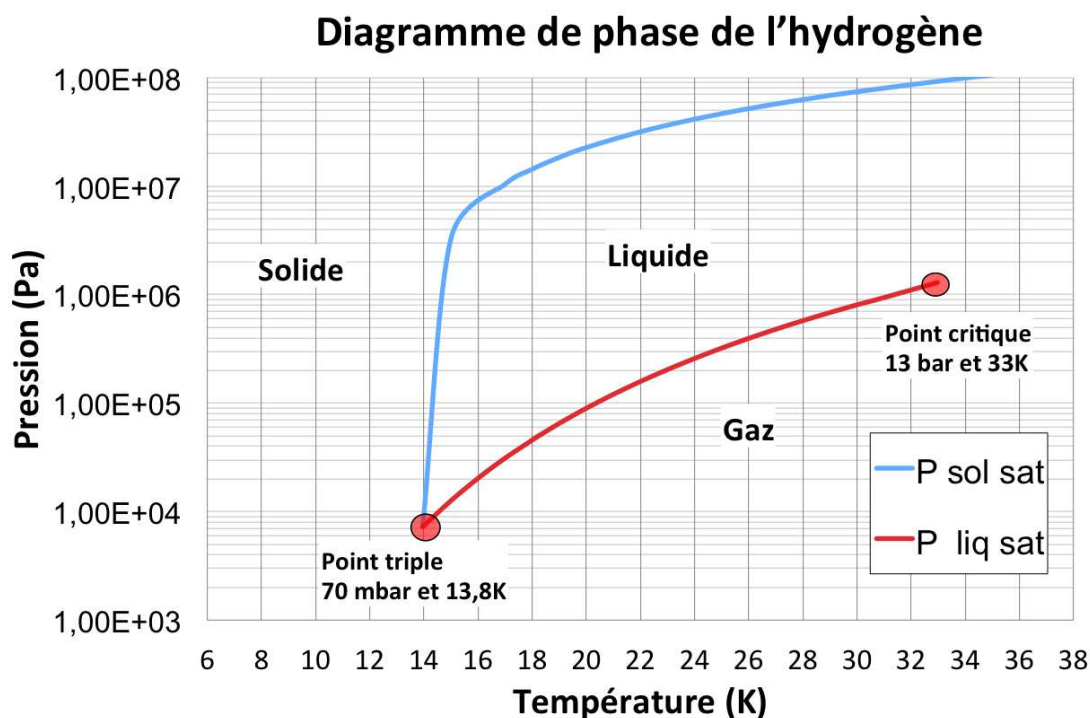


FIGURE 2 – Diagramme de phase de l'hydrogène Pour du normal hydrogène à l'équilibre thermodynamique.

Du point de vue optique, comme nous pouvons le voir sur la figure 3, il y a seulement 4 raies d'absorption de l'hydrogène dans le domaine du visible. Ainsi, en supposant un indice de réflexion négligeable, on peut dire que l'hydrogène est "presque transparent" dans ce domaine. Il semble donc possible d'utiliser des moyens optiques fonctionnant sur la base de transmission de la lumière pour caractériser les films d'hydrogène solide. L'observation des rubans d'hydrogène solide obtenus dans le cadre du projet CHY-MÈNE [4] confirme cette hypothèse.

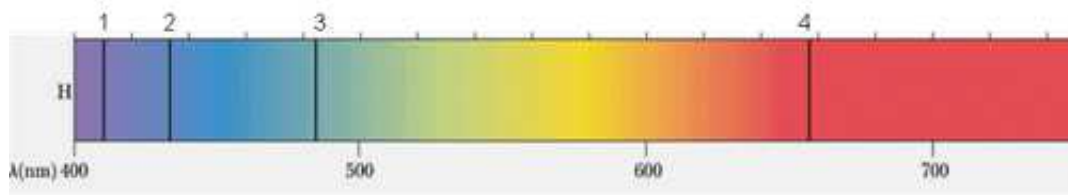


FIGURE 3 – Spectre de raies d’absorption de l’hydrogène gazeux dans le domaine du visible

Sa forte inflammabilité fait de l’hydrogène un gaz dangereux qu’il faut manier avec précautions. De nombreux accidents ont déjà eu lieu, dont la tristement célèbre catastrophe du Hindenburg, le 6 mai 1937. Ce jour-là, le Zeppelin gonflé avec 200000 m^3 de H_2 s’est embrasé lors de sa phase d’atterrissage, causant la mort de 36 passagers à bord.

Ainsi, dans le cadre de cette thèse, une attention particulière a été portée sur tous les aspects relatifs à la mise en place de mesures permettant d’assurer la sécurité des utilisateurs et des installations.

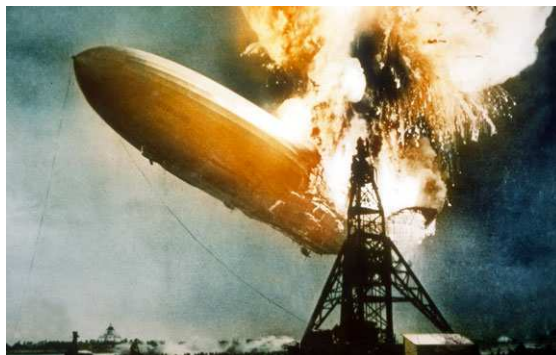


FIGURE 4 – Zeppelin Hindenburg s’embrasant le 6 mai 1937.

L’utilisation de l’hydrogène sous sa forme solide (à des températures inférieures à 14 K) présente plusieurs intérêts majeurs pour la physique contemporaine. Certains d’entre eux vont être présentés dans cette thèse.

Organisation du manuscrit

Ce manuscrit de thèse est composé de 5 chapitres.

Le premier chapitre présentera les motivations de cette thèse et les diverses applications des cibles d'hydrogène solide, avec un intérêt particulier porté aux applications liées aux accélérateurs de particules. Depuis une dizaine d'années, un nouveau concept d'accélération de particules par interaction laser-plasma a émergé. C'est l'évolution continue de la puissance des lasers qui a permis d'explorer ce nouveau concept. Dans le cadre de l'étude de l'interaction laser/matière et plus particulièrement de l'accélération de protons par ce phénomène, les physiciens souhaitent disposer de cibles pures d'hydrogène de quelques micromètres d'épaisseur. De tels rubans ont été développés dans le cadre de cette thèse.

Le second chapitre présentera le nouveau principe d'extrusion mis en place au CEA Grenoble et l'installation expérimentale qui a permis de valider ce concept.

Le troisième chapitre portera sur les résultats obtenus et les moyens de caractérisation mis en place permettant de mesurer l'épaisseur et la vitesse du ruban.

Le quatrième chapitre présentera les simulations numériques réalisées qui ont permis l'établissement d'un modèle comportemental de l'écoulement de l'hydrogène solide au travers de la buse d'extrusion. Celui-ci sera comparé aux résultats expérimentaux.

Enfin conclusion et perspectives seront regroupées dans un cinquième et dernier chapitre. On abordera notamment quelques pistes à explorer concernant l'amélioration du dispositif expérimental ainsi que certaines futures expériences relatives aux cibles d'hydrogène solide.

Chapitre 1

État de l'art

Sommaire

1.1	L'intérêt des cibles d'hydrogène	18
1.1.1	La cinématique inverse	18
1.1.2	L'accélération par laser	19
1.1.3	Les applications de l'interaction laser-plasma	24
1.1.3.1	Une application militaire : le LMJ	24
1.1.3.2	La génération de rayons X et γ	25
1.1.3.3	Le chauffage isochore	25
1.1.3.4	La protonthérapie	26
1.2	Les cibles d'hydrogène existantes	28
1.2.1	Les cibles du GANIL	29
1.2.2	SH TRICK	29
1.2.3	Les cibles du GSI	32
1.2.4	Les cibles bi-couches	32
1.2.5	RIKEN ultra-thin target	33
1.2.6	CHYMÈNE	34
1.3	Les cibles développées dans le cadre de cette thèse	36
1.4	Synthèse et Objectifs	37

1.1 L'intérêt des cibles d'hydrogène

Les cibles d'hydrogène solide sont intéressantes à plusieurs titres dans le domaine de la physique moderne. À l'heure actuelle, elles sont principalement utilisées dans des expériences de physique fondamentale impliquant des accélérateurs de particules.

Cependant, depuis une dizaine d'années, la montée en puissance des lasers et les multiples possibilités qu'elle permet, pousse les physiciens des plasmas à s'y intéresser également. Cette section décrit brièvement l'intérêt des diverses utilisations de ces cibles.

1.1.1 La cinématique inverse

Un moyen classique d'étudier les noyaux stables dans le domaine de la physique nucléaire consiste à bombarder la matière avec un faisceau de protons et/ou de deutons, puis d'en analyser les réactions mises en jeu. L'un des problèmes majeurs de cette technique réside dans le fait que lors de l'impact, les produits de fission sont émis dans toutes les directions, limitant ainsi le nombre de fragments collectés par les capteurs dédiés.

Il est également possible de déduire plusieurs propriétés nucléaires en réalisant l'opération inverse : des noyaux exotiques sont accélérés et bombardent une cible d'hydrogène, riche en protons : c'est la réaction dite de cinématique inverse. Contrairement à la cinématique directe, la vitesse d'entraînement des ions lourds induit une focalisation des produits de fission dans un cône, augmentant ainsi l'efficacité de la détection.

Il y a 4 raisons principales pour lesquelles les cibles d'hydrogène sont optimales pour ce type de réactions :

- La structure nucléaire de l'atome d'hydrogène et de ses isotopes est relativement bien connue. La simplicité de celle-ci, couplée à la connaissance assez précise des mécanismes mis en jeu (valeur de l'énergie du premier état excité du nucléon, etc.), permet de réduire le nombre d'inconnues lors d'une réaction faisant intervenir le proton comme cible : seul le projectile et le mécanisme de réaction sont à déterminer.
- L'utilisation d'hydrogène permet la sélection directe des mécanismes à étudier. Il est utilisé pour réaliser des diffusions inélastiques, des transferts de neutrons à

faibles énergies ou encore des réactions d'éjections de nucléons.

- Les propriétés de polarisation de l'hydrogène permettent également l'étude des structures atomiques en présence de champs magnétiques, comme par exemple en résonance magnétique.
- Dans la plupart des réactions, le choix de la cible est un compromis entre son épaisseur et la résolution en énergie désirée. En effet, plus une cible est épaisse, plus elle offre de réactions (par collisions), mais moins elle est résolue en énergie. Dans le cadre de la cinématique inverse, la cible d'hydrogène semble le meilleur compromis, car elle permet de s'affranchir du bruit de fond généré par les atomes de carbone présents sur les cibles composites de Methyldyne CH ou sur des cibles plastiques (Méthène CH_2). C'est dans ce cadre que les cibles d'hydrogène solide sont utilisées au sein du projet CHYMÈNE, présenté à la section 1.2.6.

1.1.2 L'accélération par laser

La physique de l'interaction

Au cours des années 1980, Tajima et Dawson [5] ont développé un concept révolutionnaire utilisant un laser permettant de concurrencer les accélérateurs de particules modernes : l'accélérateur laser plasma. C'est dans ce cadre que les cibles d'hydrogène solide vont trouver un grand intérêt, comme nous le verrons par la suite.

Dans un accélérateur de particules classique, des ondes radio fréquences sont produites par des cavités, pour accélérer des particules chargées. Les phénomènes de claquages au sein des cavités imposent une limitation du champ accélérateur à quelques dizaines de Mégavolts par mètre.

Par définition, un plasma est un milieu ionisé, ces problèmes de claquages n'existent plus et il est alors possible de produire des champs électriques de plusieurs centaines de gigavolts par mètre [6]. L'encombrement est donc beaucoup moins important pour cette dernière technique, comme le résume la figure 1.1, extraite d'une présentation [7] :

Les champs électriques présents dans de tels plasmas peuvent être utilisés pour accélérer les particules chargées. L'énergie maximale des particules accélérées est direc-

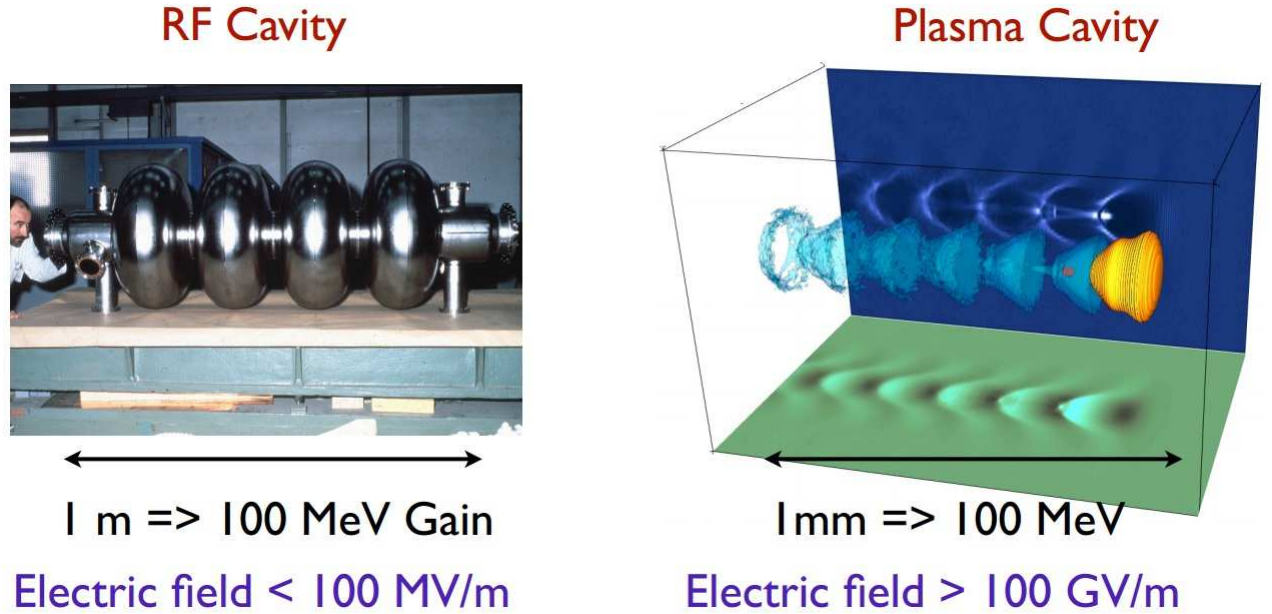


FIGURE 1.1 – Comparaison entre un accélérateur classique et un accélérateur plasma [7]. La photo de gauche présente une cavité radiofréquence, tandis que l'image de droite est issue d'une simulation numérique du phénomène d'accélération plasma.

tement liée à la puissance du laser incident. A ce jour, les lasers ne permettent pas d'accélérer des particules à des niveaux aussi énergétiques que ceux obtenus dans les grands accélérateurs de particules de type conventionnel. Cependant, l'évolution très rapide de la puissance laser au cours des dernières années (cf figure 1.2), a permis d'obtenir des protons jusqu'à 58 MeV au Lawrence Livermore National Laboratory, au début des années 2000 par le phénomène de la TNSA décrit ci-après, à l'aide d'un laser pétawatt ayant un pic d'intensité de $3 * 10^{20} \text{ W.cm}^{-2}$ [8]. Plus récemment, fin 2013, une équipe américaine prétend avoir obtenu un faisceau de protons supposé être de 160 MeV, à partir d'un laser de 150 TW du Los Alamos National Laboratory, et de cibles nanométriques de CH_2 [9]. Ces résultats sont cependant actuellement très controversés au sein de la communauté scientifique. D'autres méthodes permettent l'accélération de particules comme la BOA ou la RPA décrites ci-après.

Pour comprendre comment s'effectue l'ionisation de la matière lorsqu'elle est soumise à un rayonnement laser, le modèle mono-atomique de Bohr, qui considère l'atome d'hydrogène comme étant la combinaison d'un proton infiniment lourd et d'un électron de masse m_e décrivant une orbite circulaire, est utilisé.

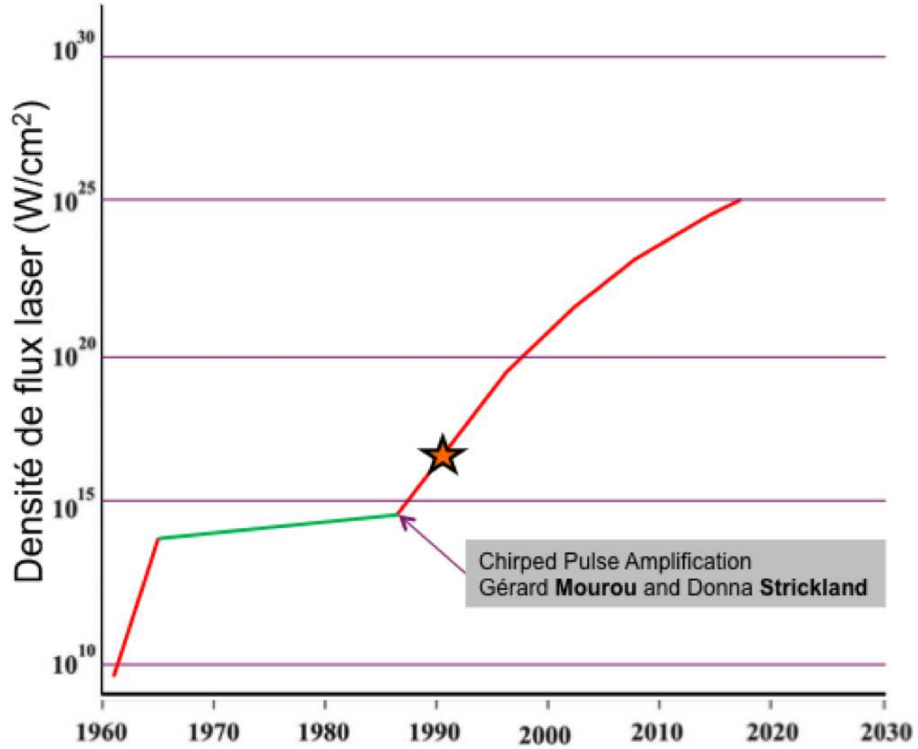


FIGURE 1.2 – Courbe représentant les intensités laser au cours du temps depuis la découverte du laser à nos jours. Une évolution drastique a été réalisée suite à la découverte de la CPA par G. Mourou et D.Strickland à la fin des années 1980. Les valeurs affichées pour ELI sont estimées.

L'équation de quantité de mouvement de l'électron donne le rayon atomique de Bohr qui correspond à la première orbitale telle que :

$$r_b = \frac{h^2 \epsilon_0}{\pi m_e e^2} = 5.3 * 10^{-9} \text{ cm}$$

Avec h la constante de Planck, ϵ_0 la permittivité du vide, m_e la masse de l'électron et e sa charge électrique. En remplaçant ce rayon dans l'expression du champ électrique de Coulomb qui en résulte et en injectant celui-ci dans l'expression de l'intensité du laser ci-dessous, il est possible de déterminer la puissance à partir de laquelle le champ électrique du laser est de l'ordre de grandeur du champ électrique de la liaison entre le noyau et l'électron. "c" correspond à la célérité de la lumière et E_b au champ électrique.

$$I_b = \frac{\epsilon_0 c E_b^2}{2} \simeq 3.51 * 10^{16} \text{ W.cm}^{-2}$$

Lorsque l'intensité du laser est de cet ordre de grandeur, la liaison est modifiée, abaissant la barrière de potentiel qui lie l'électron au noyau. Cela permet donc de justifier qu'avec des lasers ultra-intenses ($> 10^{18} \text{ W.cm}^{-2}$), la cible soit instantanément ionisée, permettant l'interaction entre l'essentiel de l'impulsion et le plasma généré durant le front montant de l'onde.

En fonction de l'épaisseur de la cible, plusieurs phénomènes différents entrent en jeu dans l'accélération des particules : la BOA, la RPA et la TNSA.

la RPA

La RPA (Radiation Pressure Acceleration) est un régime au sein duquel la pression dans le plasma est telle qu'elle est capable de mettre en mouvement à la fois les protons et les électrons à des énergies relativistes. Elle peut être rendue dominante grâce à la polarisation du faisceau laser incident. Ce régime devient efficace pour accélérer la matière à des énergies supérieures au MeV uniquement à partir d'intensités lasers dépassant $10^{20} \text{ W.cm}^{-2}$. Des résultats expérimentaux [10] [11] ont permis la mise en évidence de ce phénomène, tandis que des simulations numériques ont permis d'en extraire un comportement paramétrique [12].

la TNSA

La TNSA (Target Normal Sheath Acceleration) permet d'accélérer des particules par interaction laser/matière. Elle fonctionne de la façon suivante : tout d'abord, la partie basse énergie de l'impulsion permet d'ioniser complètement la zone d'interaction. Ensuite, l'interaction du laser avec le plasma engendre un champ électrique longitudinal, généré par la force dite pondéromotrice de la partie haute énergie de l'impulsion (ultra-courte, femtosecondes ou picosecondes, et ultra-intense). Cette force, qui est proportionnelle au gradient de l'intensité laser, peut accélérer les électrons à des énergies de l'ordre de quelques dizaines de MeV, dépendant de l'intensité du laser utilisé.

Le transfert d'énergie entre le pic d'intensité de l'impulsion et les électrons du plasma dépend notamment de l'épaisseur et de la densité de la cible. En effet, la qualité de ce couplage est régit par l'épaisseur de la couche de plasma formé. Un couplage optimal permet d'accélérer les électrons en face avant jusqu'à des énergies de quelques dizaines

de MeV vers l'intérieur de la cible, créant ainsi un front de charges négatives. Comme indiqué sur la figure 1.1, cela engendre un champ électrique qui peut atteindre plusieurs TeraVolts par mètre. Les électrons ainsi accélérés par le laser et qui s'écartent de la cible en face arrière génèrent une gaine d'électrons dont la distribution spatiale est de forme gaussienne, et dont l'axe correspond à la direction normale de la face arrière de la cible. Ce nuage d'électrons dits "chauds" est enclin à accélérer les particules en face arrière de la cible (ions et protons) à des énergies relativistes, c'est à dire de l'ordre de $E = mc^2$. La figure 1.3 donne une représentation schématique de ce phénomène.

Plusieurs expérimentations [13], [14] ont permis de valider ce principe, avec actuellement un record d'énergie atteint par cette technique de 67,5 MeV, obtenu avec le laser Trident du laboratoire de Los Alamos [15] en utilisant des cibles coniques en cuivre.

L'énergie des particules accélérées dépend de plusieurs paramètres physiques tels que la densité de puissance du laser incident, le temps d'impulsion, ou encore l'épaisseur et la nature de la cible.

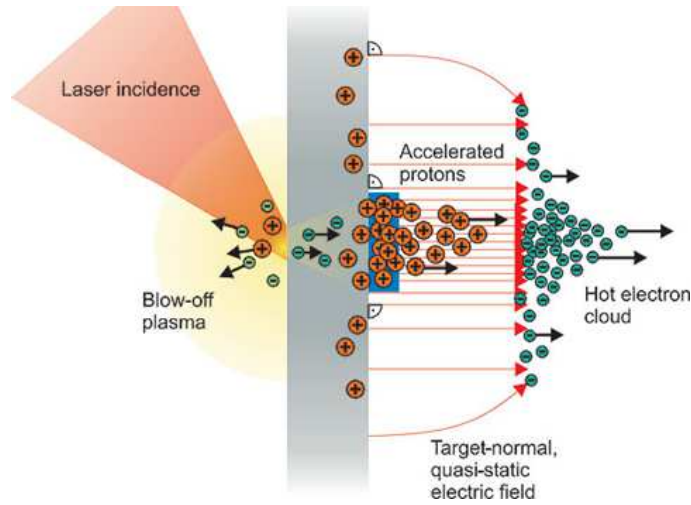


FIGURE 1.3 – Principe de l'accélération de protons par le phénomène de la TNSA [16]

la BOA

Tout comme pour le mécanisme de RPA, celui de la BOA, acronyme de Break-Out Afterburner, est basé sur l'accélération directe des électrons en interaction directe avec

le laser. Les épaisseurs nanométriques des cibles jouent un rôle majeur et rendent ce phénomène possible. Le mécanisme de BOA commence comme celui de la TNSA. La différence apparaît au moment où le pic d'intensité est couplé aux électrons déjà en mouvement. Cette technique a très récemment permis d'accélérer des protons provenant de cibles de 200 à 800 nm de CH_2 au delà de 150 MeV avec le laser TRIDENT d'une puissance de 150 TW, rendant ainsi l'accélération de protons possible pour un usage médical [9]. Les résultats obtenus sont cependant encore très controversés à ce jour.

1.1.3 Les applications de l'interaction laser-plasma

Depuis la découverte du phénomène laser, de nombreuses équipes se sont intéressées à comprendre et développer cette activité. C'est ainsi que diverses applications sont apparues au fil des années. En voici quelques exemples :

1.1.3.1 Une application militaire : le LMJ

Le Laser Méga Joule est un programme français qui a été initié dans les années 90, dans le cadre de la logique de la dissuasion nucléaire. Son objectif est de réaliser une fusion par confinement inertiel, c'est à dire d'amorcer une réaction auto-entretenu de fusion dans un plasma de deutérium-tritium. Il permet de reproduire, à petite échelle, les mécanismes mis en jeu dans les bombes nucléaires. Le mélange DT est contenu dans un micro ballon (100 μm d'épaisseur sur 2 mm de diamètre). Celui-ci va subir une compression puis un chauffage à l'aide de plusieurs lasers ($\simeq 200$) d'impulsions modérées ($10^{16} \text{ W.cm}^{-2}$) et de longue durée (quelques nanosecondes). Nous avons donc ici des lasers de fortes énergies mais de puissances instantanées modérées. On utilise la géométrie sphérique et le tir simultané de plusieurs lasers pour concentrer l'énergie vers l'intérieur de la cible.

Cette grande quantité d'énergie provoque l'ionisation de la surface externe de la cible, et sa détente provoque la compression de la cible par effet fusée, amenant le cœur de cette cible à des températures, pressions et densités équivalentes à celles mises en jeu lors de réactions de fusion au sein des étoiles ou d'explosions nucléaires.

1.1.3.2 La génération de rayons X et γ

Les faisceaux d'électrons générés par interaction laser plasma permettent de produire des sources secondaires de rayonnement gamma de l'ordre de la dizaine de MeV, permettant par exemple d'inspecter de manière non destructive et à haute résolution spatiale de la matière dense [17]. En effet, la taille des sources générées est de l'ordre de $50\text{ }\mu\text{m}$, soit environ 8 fois plus petite que celles obtenues par des sources existantes, comme le montre la figure 1.4.

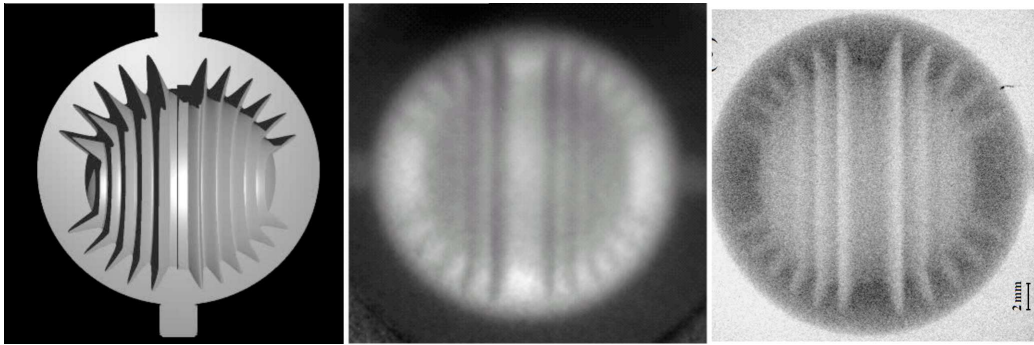


FIGURE 1.4 – Radiographie gamma. De gauche à droite : CAO de la pièce de référence, radiographie réalisée par une source de $400\text{ }\mu\text{m}$, radiographie obtenue avec une source de $50\text{ }\mu\text{m}$. Source : [18]

Des sources X ultra brèves (quelques dizaines de femtosecondes) peuvent également être générées par ce procédé, permettant l'étude dynamique de la matière sur des échelles de temps ultracourt.

1.1.3.3 Le chauffage isochore

Les faisceaux de protons accélérés ont une très courte durée d'impulsion et une faible divergence. Cela rend cette technique intéressante pour étudier le diagramme (ρ , T) d'un matériau. En effet, les températures qui sont atteintes par le dépôt d'énergie des protons au sein de la matière induisent des pressions de l'ordre du giga-bar juste avant la détente du plasma. Le comportement d'un faisceau de protons est atypique : lors de son parcours, il dépose un maximum d'énergie à un endroit bien précis, que l'on appelle le pic de Bragg (voir figure 1.5). En traversant la matière, les particules chargées l'ionisent et lui transmettent de l'énergie. Le pic de Bragg apparaît grâce à l'augmentation de la section efficace d'interaction, qui apparaît lors de la baisse d'énergie de la

particule chargée. Celui-ci permet donc de localiser précisément les protons, tandis que la courte durée d'impulsion (de quelques picosecondes) permet d'obtenir les conditions espérées de température et de pression juste avant la détente de la cible à chauffer. Les mesures effectuées ont permis de valider certains modèles théoriques et l'obtention de données jusqu'alors impossibles à collecter par les moyens conventionnels, telles que la température des électrons dans la matière chaude condensée [19] [20] et [21].

1.1.3.4 La protonthérapie

La progression des lasers de fortes intensités permet d'envisager leur utilisation à des fins médicales, en particulier dans le domaine de la protonthérapie. Cette dernière est une technique particulière de radiothérapie visant à détruire les cellules cancéreuses en les irradiant avec un faisceau de protons et non un faisceau de photons comme pour la radiothérapie conventionnelle. La principale différence entre les protons et les photons vient du fait que le faisceau de protons délivre une dose relative maximale uniquement sur les derniers millimètres du parcours des protons, permettant ainsi d'épargner les cellules saines environnantes. De plus, il est également possible de moduler la largeur de ce pic de Bragg en modulant l'énergie du faisceau, comme le montre la figure 1.5.

En radiothérapie classique, les doses maximales sont délivrées dès les premiers millimètres de pénétration dans la peau. Il est donc nécessaire de concentrer plusieurs faisceaux de faibles intensités avec des angles d'attaques différents pour atteindre une tumeur tout en limitant l'impact du faisceau sur les cellules saines. Pour la protonthérapie, le pic de Bragg permet de supprimer cet inconvénient, comme le montre la figure 1.5, les cellules en amont sont faiblement touchées, et celles en aval ne le sont pas du tout.

Cette technique nécessite des protons accélérés à des énergies d'environ 200 MeV. Les centres munis d'accélérateurs de particules (à Nice et Orsay en France) utilisent d'ores et déjà cette technique pour traiter plusieurs cancers, notamment celui de l'œil.

L'utilisation du phénomène d'accélération laser-plasma, lorsqu'il sera possible d'accélérer des protons au delà de 200 MeV, pourrait permettre de réduire drastiquement les coûts et tailles des installations, et de placer l'accélérateur à l'intérieur de l'hôpital [22]. Il devrait par la même occasion permettre d'augmenter le nombre de centres de protonthérapie : aujourd'hui seuls 26 hôpitaux en sont équipés à travers le monde.

Une étude paramétrique [23] a montré les relations entre l'épaisseur de la cible,

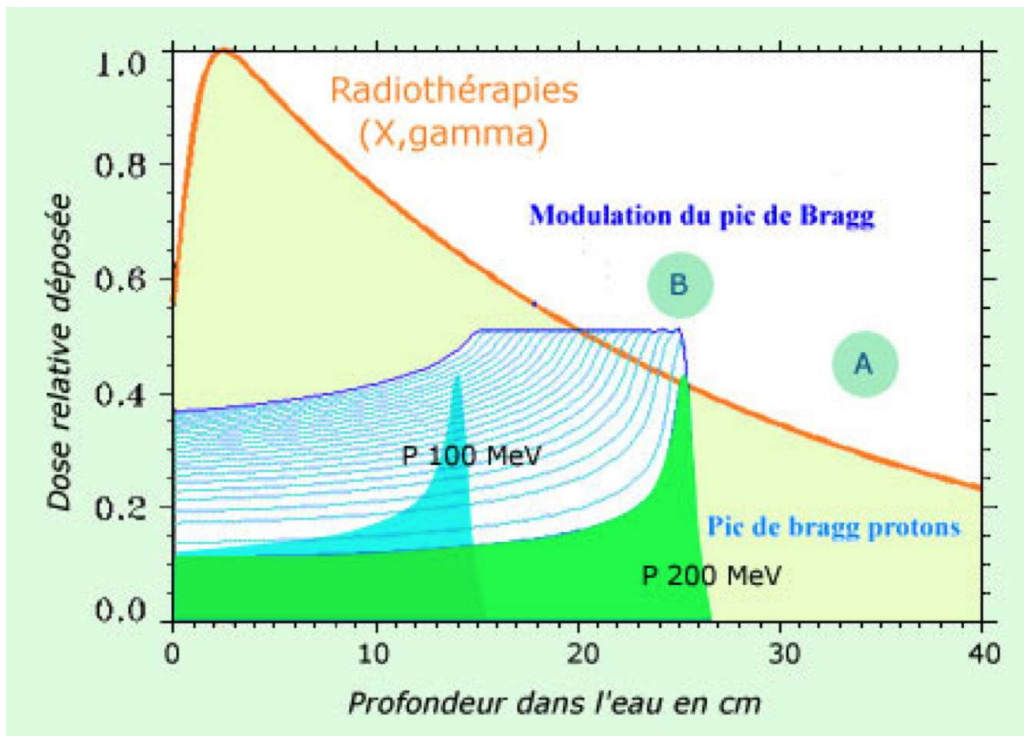


FIGURE 1.5 – Avantages de la protonthérapie vis à vis des autres techniques de traitement du cancer. L'absorption des rayons X et γ est progressive, si bien que l'irradiation touche aussi le tissu sain. Au contraire, les protons s'arrêtent à une certaine profondeur pour une énergie donnée et déposent le maximum d'énergie en fin de parcours. Ce pic dit de Bragg permet de n'affecter que très peu les tissus en amont de la zone ciblée, c'est à dire la tumeur (B) et d'épargner les tissus sains (A) situés après celle-ci. La distance à laquelle s'applique ce pic dépend uniquement de l'énergie des particules incidentes. En modulant (variant) l'énergie des protons, on diminue la hauteur du pic de Bragg mais on augmente l'épaisseur de la tranche où l'irradiation est plus forte ©IN2P3.

l'intensité du laser, et l'énergie à laquelle les protons sont accélérés. Cette étude montre qu'avec les lasers actuels, des cibles de quelques micromètres sont nécessaires pour l'obtention de faisceaux utilisables directement dans les hôpitaux pour le traitement de cancers.

L'accélération des protons de 58 MeV [8], obtenu en accélérant des contaminants présents en face arrière de la cible, permet de prédire les résultats qu'on aura avec une cible d'hydrogène pure : les protons accélérés seront beaucoup plus nombreux.

Pour une application médicale ce nombre de protons est au moins aussi important que l'énergie à laquelle ils sont accélérés.

Plusieurs articles ([8], [23], [24]) s'accordent sur le fait que pour une épaisseur de cible donnée, l'accélération obtenue est proportionnelle à l'intensité laser. De même l'accélération obtenue est inversement proportionnelle à l'épaisseur de la cible ainsi qu'au rapport A/Z (A étant le nombre de nucléons et Z le numéro atomique de l'élément).

Ainsi, en réduisant la taille de la cible et compte tenu de la puissance des lasers actuels, les cibles d'hydrogène solide de quelques microns d'épaisseurs semblent être les parfaites candidates à la protonthérapie réalisée à base d'accélérateur laser-plasma.

Par ailleurs, si la cible utilisée n'est pas pure, les contaminants qui sont accélérés par le procédé de TNSA entraîneront plusieurs pics de Bragg en aval de celui souhaité, menant à la destruction de cellules saines, compte tenu de leur énergie par nucléon généralement plus faible. Cette optique n'est bien évidemment pas acceptable dans le domaine médical et impose donc soit la pureté de la cible utilisée, soit la mise en place d'un système de sélection des énergies en amont du patient, comme par exemple l'usage d'un quadripole magnétique.

C'est dans cette optique de production de cibles pures que se sont inscrits ces travaux de thèse, qui consistent à générer en continu des rubans d'hydrogène solide d'une dizaine de micromètres d'épaisseur qui serviront de cibles pour les lasers de fortes intensités. L'objectif de ces études sera d'étudier l'interaction laser/matière et de valider le concept de la TNSA sur des cibles fines et pures d'hydrogène solide.

1.2 Les cibles d'hydrogène existantes

Cette section présente un bref état de l'art des divers projets et équipes travaillant sur la fabrication de cibles d'hydrogène solide et leurs applications. Pour une liste plus exhaustive, comprenant notamment les cibles liquides et gazeuses, le lecteur est invité à consulter la référence [25].

La majorité des cibles produites sont utilisées pour interagir avec des faisceaux de particules chargées (ions ou électrons), avec notamment l'utilisation du phénomène de cinématique inverse, et permettent d'étudier les propriétés de noyaux stables et exotiques. Certains développements sont cependant axés vers des applications relatives aux lasers de fortes puissances. En fonction des différentes équipes et applications, la

terminologie est quelque peu différente. Par abus de langage, les physiciens parlent généralement d'épaisseur de cible en terme de densité surfacique (en $mg.cm^{-2}$ par exemple), plutôt qu'en terme d'épaisseur réelle (en μm par exemple). Les deux valeurs sont effectivement liées, puisque la densité surfacique correspond au produit de l'épaisseur par la densité volumique du corps considéré. Cela permet notamment de s'affranchir du matériau de la cible lors de comparaisons des différentes interactions étudiées.

1.2.1 Les cibles du GANIL

Différentes cibles d'hydrogène sont développées au GANIL [26]. Une partie est destinée à des études de diffusions élastiques à des énergies inférieures à 10 MeV/nucléon. Elles ont une épaisseur de 1 à 5 mm, et sont contenues par des fenêtres en mylar de 6 μm d'épaisseur, comme le montre la figure 1.6. De l'hydrogène gazeux est injecté et refroidi jusqu'à la phase solide. Une circulation d'hélium liquide est ensuite mise en place autour de la cible afin d'assurer une pression et une solidification homogène et contrôlée. Une fois la cible formée, le circuit d'hélium est pompé et maintenu sous vide.

La présence des quatre fenêtres de mylar amène un décalage dans les mesures effectuées. Il est nécessaire d'effectuer des expériences en amont afin de quantifier ce bruit de fond et de le soustraire aux résultats. Les temps de faisceaux étant très chers, il est préférable de les rentabiliser au maximum. C'est pourquoi ce type de cibles fenêtrées n'est pas le mieux adapté. Il est préférable d'utiliser des cibles d'hydrogène pures. De plus, l'épaisseur de ces cibles ne permet pas de faire de la physique de diffusion à haute énergie.

Deux expériences utilisant cet appareil ont été menées en 2005 et 2006 au GANIL, utilisant notamment le premier faisceau d'ions radioactifs de l'accélérateur SPIRAL, et ont permis d'étudier la fonction d'excitation de ^{19}Na ou encore la détection de rayons γ émis à partir de ^{27}Ne .

1.2.2 SH TRICK

L'expérience SH TRICK, acronyme de Solid Hydrogen Target for Recoil detection In Coincidence with inverse Kinematics, a été développée par une équipe universitaire japonaise [27], en collaboration avec les équipes des grands accélérateurs de particules

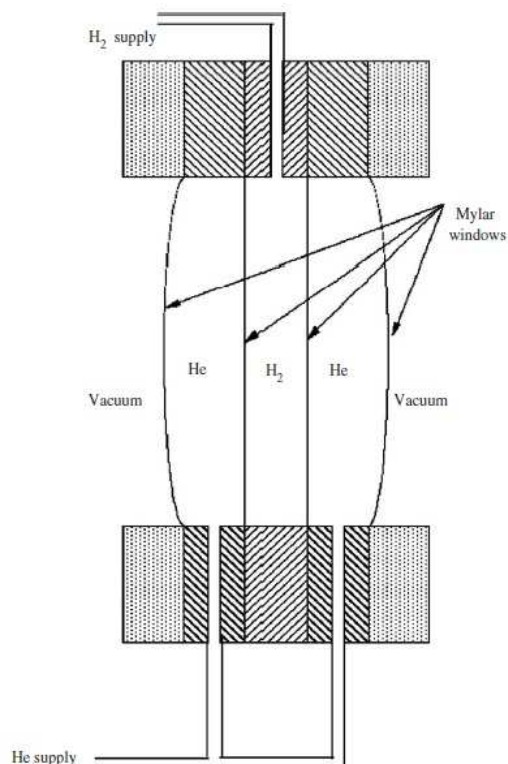


FIGURE 1.6 – à gauche : principe de formation des cibles minces d’hydrogène solide développées au GANIL, à droite : vue d’ensemble du système, entourée d’un écran thermique à 80 K

japonais (KEK, RIKEN). Cette cible pure mesure 30 mm de diamètre et 5 à 10 mm d’épaisseur. Elle est adaptée aux expériences d’analyses de spectroscopie par perte de masse aux énergies intermédiaires (200-300 MeV/u), pour les expériences de cinématique inverse. Comme le montre la figure 1.7, deux brides, actionnées mécaniquement et régulées thermiquement à l’aide d’hélium gazeux, viennent fermer le volume qui va contenir la cible. L’injection de d’hydrogène gazeux peut alors commencer. La partie en cuivre autour de la cible, en contact avec un bain d’hélium liquide, permet d’assurer le refroidissement de l’hydrogène et sa solidification uniforme. Une fois que la cible est totalement solide, les brides sont retirées, laissant ainsi la cible d’hydrogène en contact direct avec le vide de la chambre à réaction. Ce premier prototype est référencé en tant que "RIKEN solid" sur la figure 1.10.

Un deuxième prototype a ensuite été réalisé, dans lequel le refroidissement par circulation d’hélium liquide a été remplacé par un cryo-réfrigérateur de type Gifford-

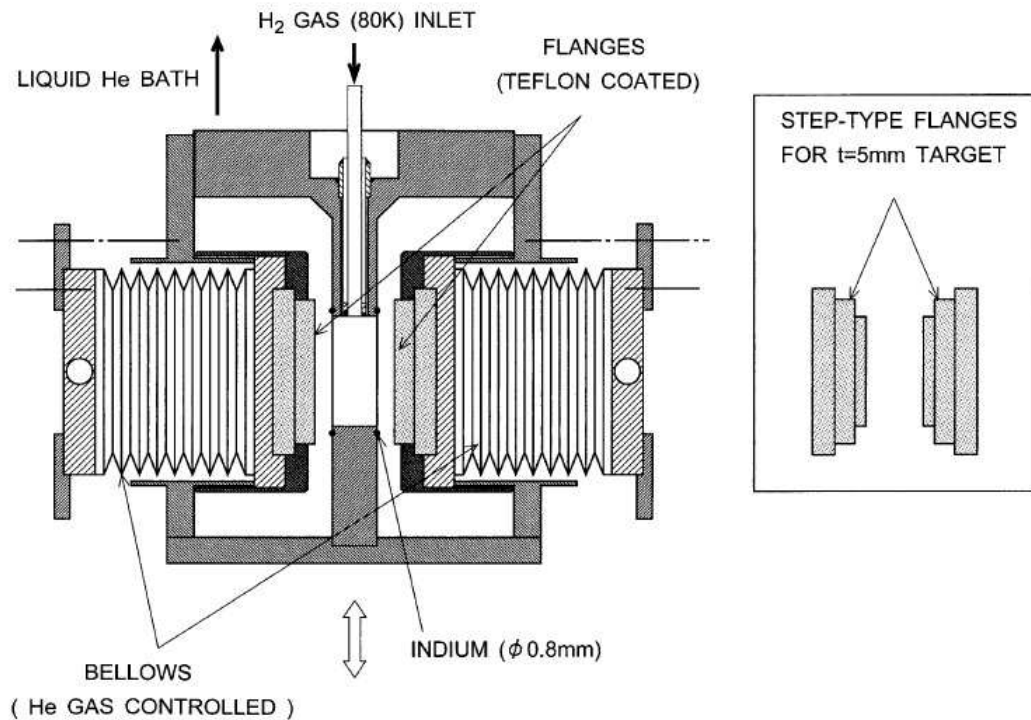


FIGURE 1.7 – Schéma de principe d'utilisation de la cellule SH TRICK

McMahon, pour une meilleur adaptabilité sur différents accélérateurs japonais.

Un nouveau développement visant à améliorer les résultats obtenus lors de la phase de solidification de l'hydrogène est en cours. Celui-ci est basé sur l'utilisation de para-hydrogène, qui a une meilleure conductivité thermique à très basse température que l'hydrogène classique, dit normal-hydrogène. En effet, une fois formée, la cible de para-hydrogène est plus homogène en température que son homologue faite de normal-hydrogène. La durée de vie de la cible dépend du taux de sublimation qu'elle subit, dû au rayonnement thermique environnant. Il a été démontré [27] qu'en dessous d'une certaine température, ce taux devient négligeable. Ainsi aux températures de l'hélium liquide (vers 4 K), une cible homogène (para-hydrogène) aura une meilleure durée de vie qu'une cible présentant davantage de gradient thermique (normal-hydrogène). Des expériences ont montré la très bonne robustesse de telles cibles en ne montrant aucune altération quant à la qualité de la glace pendant 180 heures d'irradiation par des tirs de faisceaux de $^{10,11,12}\text{C}$ accélérés à 300 MeV. Ce projet ainsi que son évolution et ses améliorations ont été présentées à la conférence INTDS 2014 à Tokyo.

Ces cibles sont épaisses. Elles n'entrent donc pas en concurrence avec celles réalisées dans le cadre de cette thèse.

1.2.3 Les cibles du GSI

Dans le cadre de l'utilisation de cibles pour des applications lasers telles que l'accélération d'ions ou la génération de rayons X, le développement d'une cible d'hydrogène pur a été entrepris par une équipe allemande au GSI (Darmstadt). Le principe est le suivant : une cavité conique est réalisée dans une cellule en cuivre, comme présentée sur la figure 1.8. Cette cellule est confinée dans une chambre, séparée du vide de la chambre à réactions par une cloche en verre. La cellule, large de 1 mm, est d'abord maintenue à une température inférieure au point de solidification de l'hydrogène, puis l'hydrogène est ensuite injecté. La croissance de l'hydrogène solide au sein de la cavité conique est observée visuellement. Une fois celle-ci terminée, la cloche en verre est rapidement enlevée, juste avant le tir laser. Cette technique, actuellement en cours de développement, devrait permettre d'obtenir des cibles coniques d'une épaisseur de l'ordre du millimètre.

A l'heure actuelle, la solidification au sein de la cavité est difficilement contrôlable et de nombreux soucis techniques sont à résoudre avant de valider le procédé, notamment au niveau de l'étanchéité de la cloche en verre à basse température qui doit être retirée juste avant le tir. [private communication]

1.2.4 Les cibles bi-couches

L'utilisation de plusieurs matériaux superposés au sein d'une même cible présente également un fort intérêt pour la communauté des physiciens des plasmas. Dans ce cadre, des cibles bi-couches générées à l'aide de deutérium, un isotope de l'hydrogène, ont été utilisées en interaction avec le laser Vulcan [28]. Celles-ci étaient composées d'un substrat d'or de 3 μm d'épaisseur et d'une couche d'eau lourde D_2O solidifiée formant une couche de 3 μm d'épaisseur. Elles ont permis l'accélération des ions deutérium jusqu'à des énergies de 14 MeV/nucléon avec ce laser Petawatt de 200 J, 700 fs et une densité de flux de l'ordre de $10^{20} \text{ W.cm}^{-2}$.

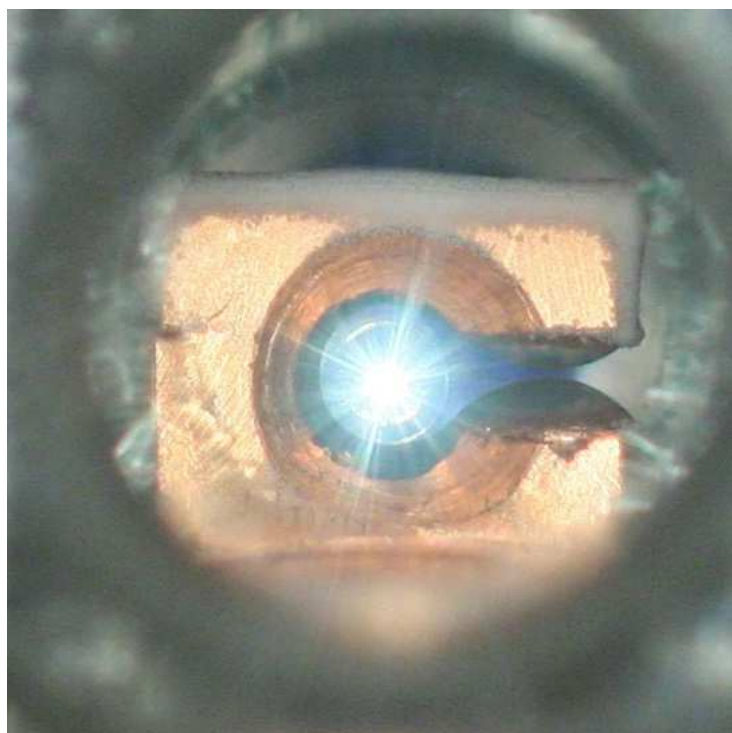


FIGURE 1.8 – Cellule permettant la formation d’hydrogène solide développée au GSI. L’hydrogène se solidifie au sein du cône. cette figure est extraite d’une présentation réalisée à la conférence INTDS 2014 à tokyo.

1.2.5 RIKEN ultra-thin target

Le principe de création de ces cibles est similaire à celui réalisé par le GANIL, présenté en section 1.2.1. L’hydrogène est confiné entre deux parois, puis refroidi par de l’hélium gazeux. La différence principale réside au niveau des membranes contenant la cible, qui sont d’épaisseurs nanométriques (25-200 nm). Celles-ci sont développées à RIKEN. De plus, une fois l’hydrogène solidifié, l’hélium gazeux ainsi que les parois extérieures le contenant sont retirées, laissant ainsi la cible, entourée de sa membrane, dans le vide de la chambre à réaction. Cette technique permet de réaliser des cibles d’hydrogène de $120\ \mu\text{m}$ d’épaisseur. Cependant les membranes qui l’entourent, aussi faibles soient elles, limitent la pureté de cette cible et, tout comme les cibles du GANIL, obligent l’utilisation d’un temps de faisceau supplémentaire pour recalibrer les résultats. Il n’est pas possible de produire ces cibles en continu, mais le film peut être davantage sous-refroidi avec une prédominance de para-hydrogène.

Cette cible, d’une épaisseur d’environ $125\ \mu\text{m}$, permet la détection des protons de

0-10 MeV avec une meilleure résolution angulaire que des cibles plus épaisses.

1.2.6 CHYMÈNE

Le projet SPIRAL2, mis en place sur l'accélérateur de particules du GANIL à Caen, permet d'exploiter les faisceaux d'ions lourds de basse énergie incidente.

Les expériences qui y sont réalisées et qui impliquent de l'hydrogène sont basées sur l'utilisation de cibles de polypropylène $(CH_2)_n$ ou des cibles d'hydrogène pur.

Comme indiqué dans la section précédente en page 18, l'avantage de ces dernières consiste en un gain significatif du rapport signal sur bruit, appelé la luminosité. Les ions carbone présents dans les cibles polypropylène peuvent induire des contaminations parasites très gênantes qu'il faut ensuite éliminer, moyennant une perte du temps de faisceau. Le projet CHyMÈNE, acronyme pour Cible d'Hydrogène Mince pour l'Etude des Noyaux Exotiques, est construit autour de la réalisation d'une cible cryogénique, dont les caractéristiques sont à la fois compatibles avec les réactions de cinématique inverse et également adaptées aux conditions des futures expériences de réactions directes.

Il s'agit d'une cible pure d'hydrogène solide H_2 sans fenêtre qui s'écoule sous la forme d'un ruban devant le faisceau dans le vide d'une chambre à réaction. La référence [4] montre par un calcul numérique, utilisant le code LISE, qu'une cible d'hydrogène pure de $50\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur (ou moins) permet d'obtenir un meilleur rapport signal/bruit après l'interaction avec le projectile qu'une cible plus conventionnelle de CH_2 . C'est pourquoi l'objectif de ce projet est de réaliser des cibles d'épaisseur inférieure à cette valeur.

Ce ruban d'hydrogène est réalisé à l'aide d'une technique développée par le laboratoire PELIN en Russie [29]. Comme le montre la figure 1.9, il s'agit d'un système de vis sans fin qui vient comprimer le solide avant de le faire sortir au travers d'une buse d'extrusion.

Au début de cette thèse, cette technique permettait de réaliser des rubans de l'ordre de $200\text{ et }100\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur et de 10 mm de large de manière continue et reproductible [4], s'écoulant à une vitesse de l'ordre de 5 mm/s . On obtient ici des cibles d'épaisseur comparable à celles développées à RIKEN (voir paragraphe précédent 1.2.5), mais sans la présence de membrane, ce qui constitue un réel progrès. La mise en compression de la glace via un système de vis sans fin induit des phénomènes de twist au sein de la

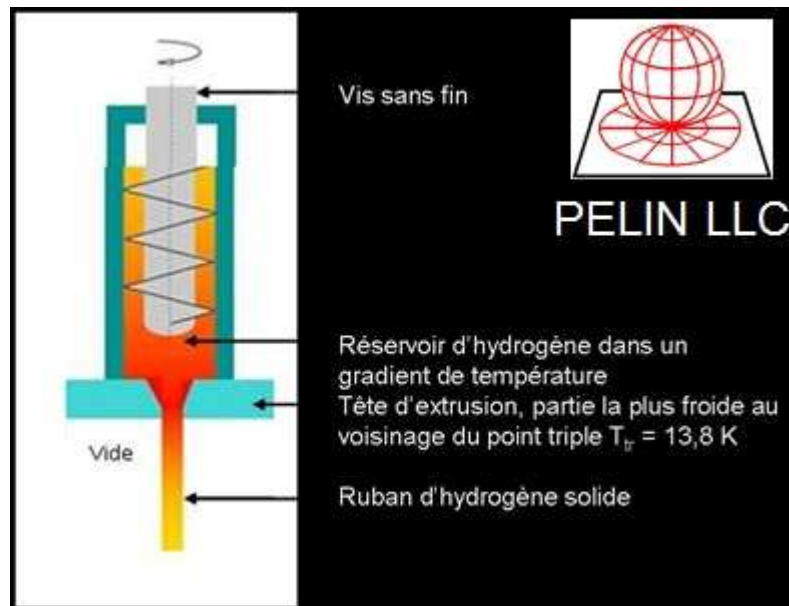


FIGURE 1.9 – Principe d’extrusion du système à vis sans fin développé par le laboratoire PELIN

glace, qui se traduisent notamment par une courbure du ruban à la sortie de la buse. Des tests préliminaires encourageants ont récemment été réalisés avec une épaisseur de $50 \mu\text{m}$.

La caractérisation de l’épaisseur et de l’homogénéité de ces cibles a été réalisée à l’aide de faisceaux de protons accélérés à 3 MeV. L’interaction entre ceux-ci et la cible entraîne l’éjection de protons suivant un certain angle (12 degrés dans le cadre de cette expérience). Le nombre de protons collectés par un capteur selon cet angle est directement lié à l’épaisseur de la cible, et à sa variation temporelle, tandis que l’énergie de ceux-ci permet de remonter à l’homogénéité de cette cible. Pour une cible de $100 \mu\text{m}$, la dispersion constatée en épaisseur est de 15 % autour de la valeur nominale. En 2014, des expériences ont été réalisées sur l’accélérateur RIKEN au Japon avec ces cibles issues de CHYMÈNE et ont notamment permis de valider l’utilisation d’une telle machine dans les conditions mises en jeu dans la chambre à réactions (niveau de vide, rayonnement thermique et magnétique, etc...).

1.3 Les cibles développées dans le cadre de cette thèse

Compte tenu des difficultés à produire des cibles d'hydrogène pur aux densités (et épaisseurs) souhaitées, le Service des Basses Températures (SBT) du CEA Grenoble a initié un projet de développement appelé SOPHIE (acronyme de Solid Phase Hydrogen film Extruder), basé sur un nouveau concept d'extrusion.

Les techniques d'extrusion standards sont basées sur le principe d'une force mécanique qui agit pour compresser un fluide afin de le forcer à traverser un orifice d'extrusion. Elles sont très couramment utilisées dans de nombreux domaines. A titre d'exemple, nous pouvons citer :

- La mise en forme de gaines plastiques ou de tubes PVC dans le domaine de la plasturgie
- Les différentes phases de fabrication de polymères en caoutchouc
- La fabrication de pâtes dans le domaine de la cuisine
- La production de rubans d'hydrogène solide avec le projet CHYMÈNE

La force mécanique permettant la compression de la matière est généralement obtenue par trois types d'actionneurs mécaniques : un piston, un système de vis sans fin ou un laminoir, formé de deux cylindres tournants. Dans l'analyse de l'état de l'art faite précédemment, nous avons vu que c'est une technique d'extrusion qui a permis d'obtenir les rubans d'hydrogène solide les plus fins : l'expérience CHYMÈNE qui utilise une extrudeuse avec rotation d'une vis sans fin fournie par le laboratoire PELIN.

Rappelons ici que l'hydrogène est en phase solide à très basse température. Son point de solidification est à 13.8 K (-260 °C) à la pression atmosphérique. A ces températures, un actionneur mécanique est difficilement utilisable et contrôlable.

L'idée novatrice développée dans le cadre du projet SOPHIE, est de se passer d'actionneur mécanique, et d'utiliser les propriétés thermodynamiques du fluide lui-même pour réaliser l'extrusion. En effet, comme cela va être décrit plus précisément dans le prochain chapitre, la force générant l'extrusion est obtenue grâce à la montée en pression résultant de la dilatation du fluide lors de son changement de phase dans un volume fermé.

Ainsi, aucune pièce mécanique ne prend part au processus, ce qui réduit la difficulté de mise en œuvre ainsi que la maintenance. Nous nous affranchissons également des

phénomènes de twist pouvant être induits par la rotation de la vis sans fin au sein la glace utilisé dans le projet CHYMÈNE.

Enfin, l'absence d'un piston physique permet de s'affranchir des pertes de matière éventuelles pouvant résulter des fuites au travers du piston, dues aux frottements et à l'échauffement de l'interface piston/chambre/hydrogène.

A une température imposée, pour une largeur de ruban d'hydrogène donnée, l'épaisseur de ce dernier est inversement proportionnelle à la force nécessaire à sa réalisation. Ainsi, pour réduire l'épaisseur désirée avec une technique basée sur un actionneur mécanique utilisé dans des projets de type CHYMÈNE, l'une des solutions consiste à augmenter la puissance mécanique apportée au système. On peut voir ici que les limitations technologiques (en terme de capacité de moteur, de système de transmission, d'échauffements engendrés aux basses températures...) ne permettront pas d'atteindre des pressions suffisantes à mesure que les épaisseurs désirées se réduiront.

Comme nous le verrons dans le prochain chapitre, le principe du piston thermique, comme nous l'appellerons par la suite, sur lequel est basé SOPHIE, ne souffre pas de telles limitations et devrait permettre l'obtention de rubans d'hydrogène pur d'une épaisseur de $10\ \mu\text{m}$ de manière reproductible.

1.4 Synthèse et Objectifs

La figure 1.10, issue des travaux bibliographiques [25], présente un résumé des différentes cibles d'hydrogène utilisées dans le domaine des accélérateurs de particules. Les projets qui n'ont pas été évoqués dans cette section (MINOS, CRYPTA, PRESPEC, ORNL-PSI, CNS-RIKEN) correspondent à des cibles d'hydrogène liquide ou gazeux.

La relation entre l'épaisseur de la cible e_c , exprimée en mètre et la densité d'atome, exprimée en cm^{-2} se trouvant en abscisse sur la figure 1.10 est la suivante :

$$D_{H_2} = \frac{e_c A_n \rho_{mol}}{10^4} \text{cm}^{-2}$$

Avec ρ_{mol} la densité molaire, en mol.m^{-3} , et A_n le nombre d'Avogadro. Cette relation permet de placer les résultats obtenus à Grenoble dans le cadre de cette thèse sur le graphique de la figure 1.10. Ceux-ci sont représentés en rouge : l'objectif visé est de réaliser des cibles allant de $10\ \mu\text{m}$ (soit $3 * 10^{19}\ \text{cm}^{-2}$) à $100\ \mu\text{m}$ (soit $3 * 10^{20}\ \text{cm}^{-2}$), pour un taux de pureté $\frac{m_H}{m_{total}}$ égal à 1. m_H correspond à la masse d'hydrogène dans la

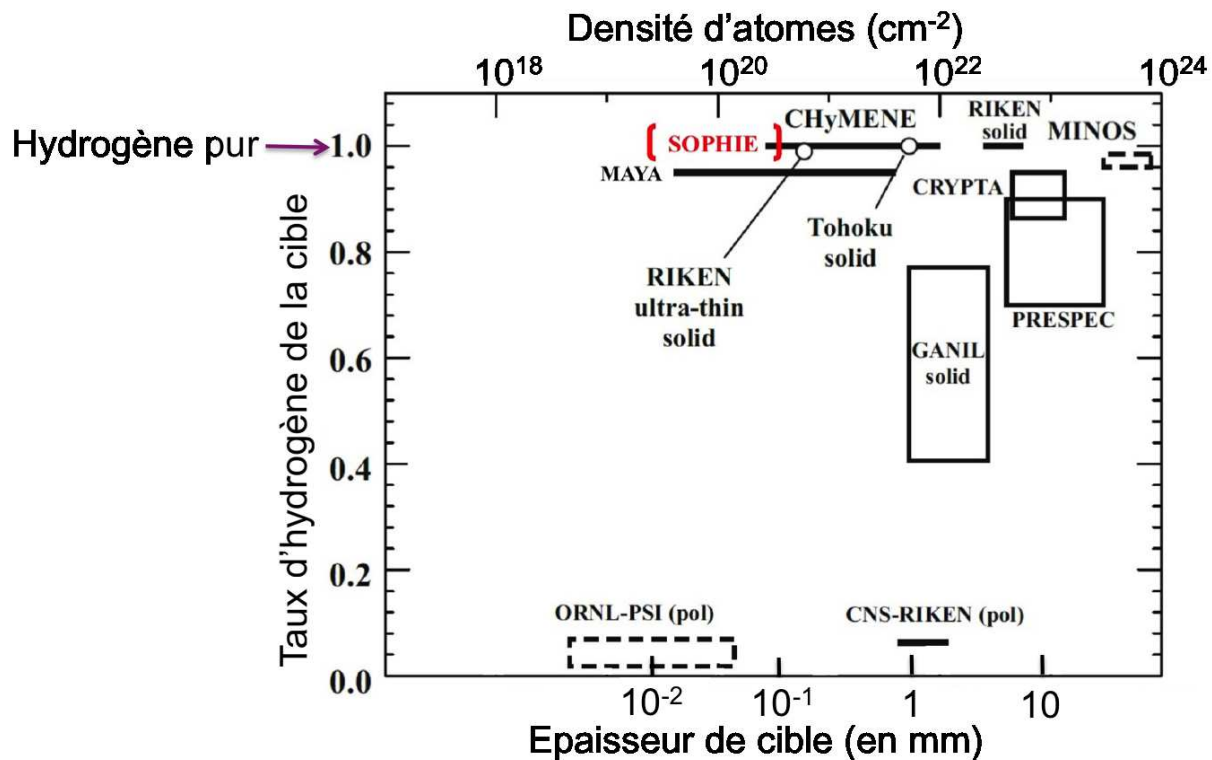


FIGURE 1.10 – Diagramme épaisseur-pureté des différentes cibles développées au cours des 15 dernières années [25]. L'épaisseur est directement liée à la densité surfacique et est donnée en nombre d'atomes par cm^2 . Pour une meilleure compréhension, en considérant une densité du solide fixée à 90 kg/m^3 , cette échelle a également été convertie en mm

cible et m_{total} correspond à la masse totale de la cible.

Cette thèse a été établie dans le but de répondre au besoin des physiciens des plasmas en terme de cible d'hydrogène pur de faible épaisseur. Ainsi, pour répondre à cette demande l'objectif d'obtention de cibles d'hydrogène pures allant de 10 à 100 μm d'épaisseur et d'une largeur de 1 mm a été défini. Pour répondre également au besoin exprimé quant au taux de répétition des tirs laser (1 à 10 Hz), et compte tenu de la zone impactée par le tir (sphère de 2 mm de diamètre), ce ruban devra s'écouler en continu à une vitesse de l'ordre de 2 à 20 mm/s.

Bien que développées à l'origine pour un usage relatif aux lasers de fortes puissances, on peut observer sur ce graphique que les cibles de SOPHIE sont également bien adaptées à des usages au sein des accélérateurs de particules, nécessitant une cible pure et de très faible épaisseur.

Chapitre 2

Expérimentations

Sommaire

2.1	Dispositifs expérimentaux	40
2.1.1	le cryostat SOPHIE	40
2.1.1.1	Présentation générale	40
2.1.1.2	Principe d'extrusion de SOPHIE	42
2.1.1.3	Descriptif de l'installation	44
2.1.1.4	Dimensionnement de la cellule	53
2.1.1.5	Comportements de l'hydrogène dans la cellule	58
2.1.2	Le cryostat ELISE	65
2.1.2.1	Présentation générale	65
2.1.2.2	Dimensionnement thermique	66
2.1.2.3	Descriptif de l'installation	66
2.1.2.4	La cellule	70
2.1.2.5	Les buses	70
2.2	Système de régulation	72
2.2.1	Description générale	73
2.2.1.1	Équations utilisées	73
2.2.1.2	Modélisation du système complet	75
2.2.2	Modélisation de SOPHIE	76
2.3	Conclusion	77

2.1 Dispositifs expérimentaux

Au cours de la thèse et pour les besoins expérimentaux, deux cryostats ont été étudiés et réalisés. Le premier baptisé SOPHIE (acronyme de SOLid Phase Hydrogen film Extruder) a permis de valider le principe d'extrusion et le second ELISE (Experiments on Laser Interaction with Solid hydrogEn) a été conçu pour être installé sur une ligne laser.

2.1.1 le cryostat SOPHIE

2.1.1.1 Présentation générale

Les expériences menées dans le cadre de cette thèse ont pour objectif la réalisation de rubans d'hydrogène solide de quelques micromètres d'épaisseur (de 10 à 100 μm), et ce en utilisant un nouveau procédé d'extrusion. Ce développement est réalisé dans le cadre de l'étude de l'interaction laser/matière. Le ruban d'hydrogène servira par la suite de cible pour les lasers très haute puissance ($10^{21} \text{ W.cm}^{-2}$) actuellement en cours de développement au LULI (Palaiseau, France) et à PALS (Prague, République Tchèque)

Le principe d'extrusion

Le procédé thermo-mécanique d'extrusion permet d'obtenir à des cadences élevées des produits longs tels que des tubes, des tuyaux, ou encore des profilés. Dans le cadre des applications lasers liées à la médecine, il est nécessaire d'avoir un taux de répétition des tirs allant de 1 à 10 hertz [23]. La zone affectée par l'impact entre un laser et une cible est une sphère dont le diamètre est de l'ordre de 1 à 2 mm. C'est ainsi qu'est née l'idée d'utiliser une cible unique qui défile en continu face au laser à une vitesse de l'ordre de 20 mm/s permettant d'atteindre ces cadences, et que le procédé d'extrusion a été réalisé.

Application du principe d'extrusion à l'hydrogène

Dans notre cas, le matériau concerné est l'hydrogène. Afin de l'obtenir sous forme solide, il est nécessaire de travailler à des températures cryogéniques.

Pour débiter l'extrusion d'un matériau solide, il est nécessaire de vaincre sa contrainte de cisaillement, afin de générer des plans de clivages qui vont permettre l'écoulement. Cette contrainte de cisaillement est très dépendante de la température, comme l'indique le diagramme 2.1.

Pour faciliter l'extrusion, il est donc préférable de se situer proche du point triple, à 13,8 K car cette contrainte est nettement plus faible et donc la force à appliquer le sera également.

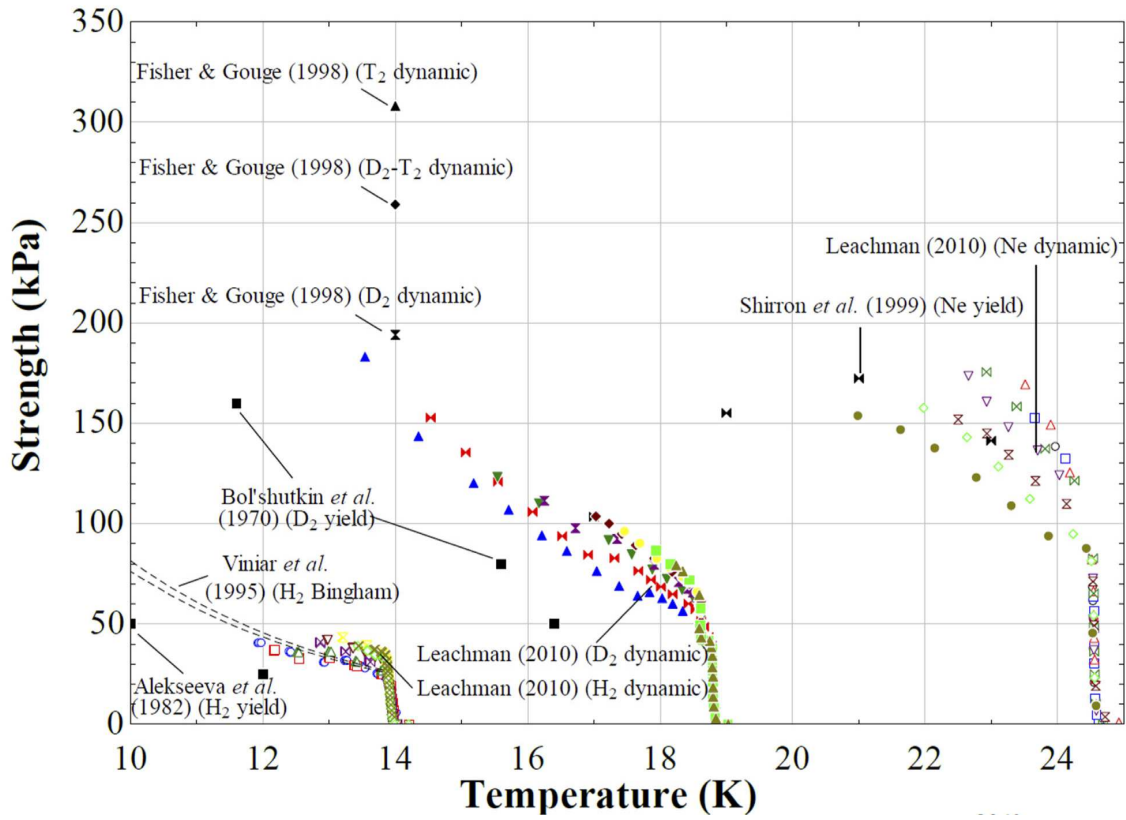
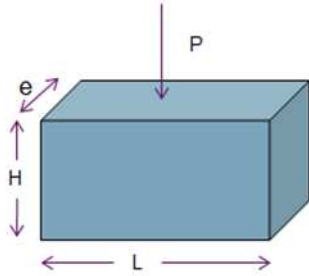


FIGURE 2.1 – Contrainte limite de cisaillement en fonction de la température pour l'hydrogène, ses isotopes et le néon [30]

L'extrusion commence à partir du moment où la contrainte appliquée est supérieure à la contrainte de cisaillement du matériau. Ainsi, en considérant l'hydrogène comme un solide standard, il est possible de prédire pour quelle valeur de pression l'écoulement peut débiter. A titre d'exemple, en considérant une contrainte de cisaillement de 40 kPa (soit environ une température d'hydrogène de 13 K), on en déduit que la pression nécessaire à l'extrusion au travers d'une fente de 100 μm de large, d'une longueur de



$$\tau = \frac{F}{S} = \frac{P.e.L}{2 * (e + L)H} \quad (2.1)$$

FIGURE 2.2 – Principe d’extrusion d’un solide simple

1 mm et d’une hauteur de 0.5 mm est de 4 bar en appliquant la relation (2.1), où τ correspond à la contrainte de cisaillement, F la force de poussée (verticale dans ce cas), S la surface cisailée, P la pression générée, e la largeur de la fente, L la longueur de la fente et H sa hauteur.

2.1.1.2 Principe d’extrusion de SOPHIE

Ce projet est basé sur l’extrusion d’un film d’hydrogène solide au moyen d’un procédé novateur, qui utilise la propriété d’expansion d’un matériau lors de son passage de l’état solide à l’état fluide. C’est donc le matériau lui-même qui va servir de piston virtuel, utilisé pour l’extrusion. De plus, les vannes permettant le remplissage de la cellule sont des vannes ”cryogéniques” laissant passer le fluide lorsqu’elles sont maintenues à une température supérieure à celle de la fusion du solide et bloquant le fluide en réalisant un ”glaçon” pour des températures inférieures. Leur principe de fonctionnement ne nécessite donc aucun déplacement de pièce et finalement l’intégralité du processus de création de film d’hydrogène solide se fait sans pièce mobile à basse température, assurant ainsi fiabilité et absence de vibration.

La cellule, initialement sous vide, est composée de deux échangeurs de chaleur E1 et E2 (voir figure 2.3 présentant le procédé d’extrusion) situés à chacune de ses deux extrémités. Son remplissage s’effectue par la partie supérieure, à l’aide de la vanne ”cryo-thermique” V1. L’extrusion est réalisée au travers d’une buse qui se situe au niveau de la partie inférieure de la cellule.

Les différentes étapes permettant l’extrusion du film d’hydrogène sont les suivantes :

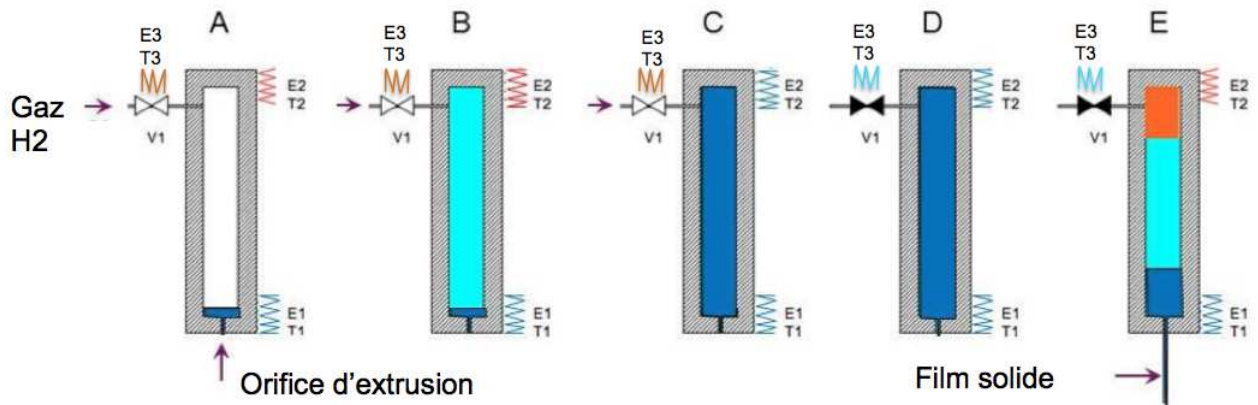


FIGURE 2.3 – Principe d'extrusion de SOPHIE. A l'intérieur de la cellule, les zones bleu foncé, bleu clair et orange représentent respectivement les phases solide, liquide et gaz. Les échangeurs thermiques en bleu et orange ont des températures respectivement inférieures et supérieures au point de solidification.

- A) La température T_1 de l'échangeur E1 est réglée à une température inférieure au point triple de l'hydrogène (13,8 K). La température T_2 de l'échangeur E2 est quant à elle réglée à une température proche de 20 K, correspondant à la température de saturation liquide-vapeur de l'hydrogène sous 1 bar, qui est la pression initiale de remplissage. La vanne V1 est ouverte, la température de E3 étant réglée à une valeur supérieure à celle du point de solidification à la pression de remplissage, de l'hydrogène gazeux est ainsi injecté dans la cellule, se liquéfie puis gèle au niveau de l'échangeur E1, bouchant ainsi l'orifice d'extrusion.
- B) La température T_2 diminue progressivement afin de remplir intégralement la cellule de liquide. L'injection continue, et le front de solidification progresse vers le haut de la cellule.
- C) La température T_2 continue de diminuer jusqu'à atteindre la température du point triple. Ainsi la cellule est intégralement remplie d'hydrogène solide.
- D) La vanne V1 se ferme en réglant E3 en dessous du point de solidification de l'hydrogène. L'hydrogène solide se retrouve donc dans un volume clos.
- E) La température T_2 augmente, afin de faire passer l'hydrogène de l'état solide à l'état liquide, puis éventuellement vapeur. La dilatation thermique due au changement de phase dans un volume clos génère une augmentation de pression dans la partie supérieure de la cellule. La température T_1 est toujours réglée à une

température inférieure au point triple, ce qui permet de conserver l'état solide au niveau inférieur de la cellule.

L'augmentation de pression dans la partie supérieure génère une force sur la partie solide, qui lui impose de s'écouler au travers de la buse d'extrusion prévue à cet effet.

Cette idée novatrice proposée par Denis Chatain a fait l'objet d'un brevet (BD13367SG).

Si l'on considère un réservoir fermé, indéformable, isotherme, et sans volume mort, on peut utiliser le diagramme de phase (densité, pression) de l'hydrogène présenté en figure 2.4 pour prédire le comportement attendu. Pour un remplissage initial sous 10 bar (représenté par un point jaune sur la figure 2.4), on remarque que pour atteindre les 20 MPa nécessaires avec un remplissage initial à 14 K (correspondant à une densité de 85 g/l), il faut élever la température à 20 K tandis que pour un remplissage initial à 18 K (correspondant à une densité de 73 g/l), il est nécessaire d'élever cette température jusqu'à 40 K. Cette approche thermodynamique implique comme hypothèse première un composant homogène ayant une température et une pression identique dans le volume traité. Bien qu'étant éronnée, cette hypothèse permet de réaliser un premier dimensionnement.

2.1.1.3 Descriptif de l'installation

Architecture générale

Le dispositif expérimental se compose d'un cryostat (figures 2.5 et 2.6) à l'intérieur duquel se trouve l'ensemble contenant la cellule expérimentale remplie d'hydrogène (Figures 2.7 et 2.8(b)). La cellule est refroidie par une circulation d'hélium gazeux, prélevé par un siphon dans la partie supérieure d'un vase de 100 ou 250 litres d'hélium liquide. Elle est entourée d'un écran thermique, refroidi à une température voisine de 80 K par des vapeurs d'hélium provenant des échangeurs, dont le rôle principal est de la protéger du rayonnement thermique environnant. En effet, à cette température le flux de chaleur dû au rayonnement de l'écran sur la cellule est négligeable (de l'ordre de 10^{-2} W).

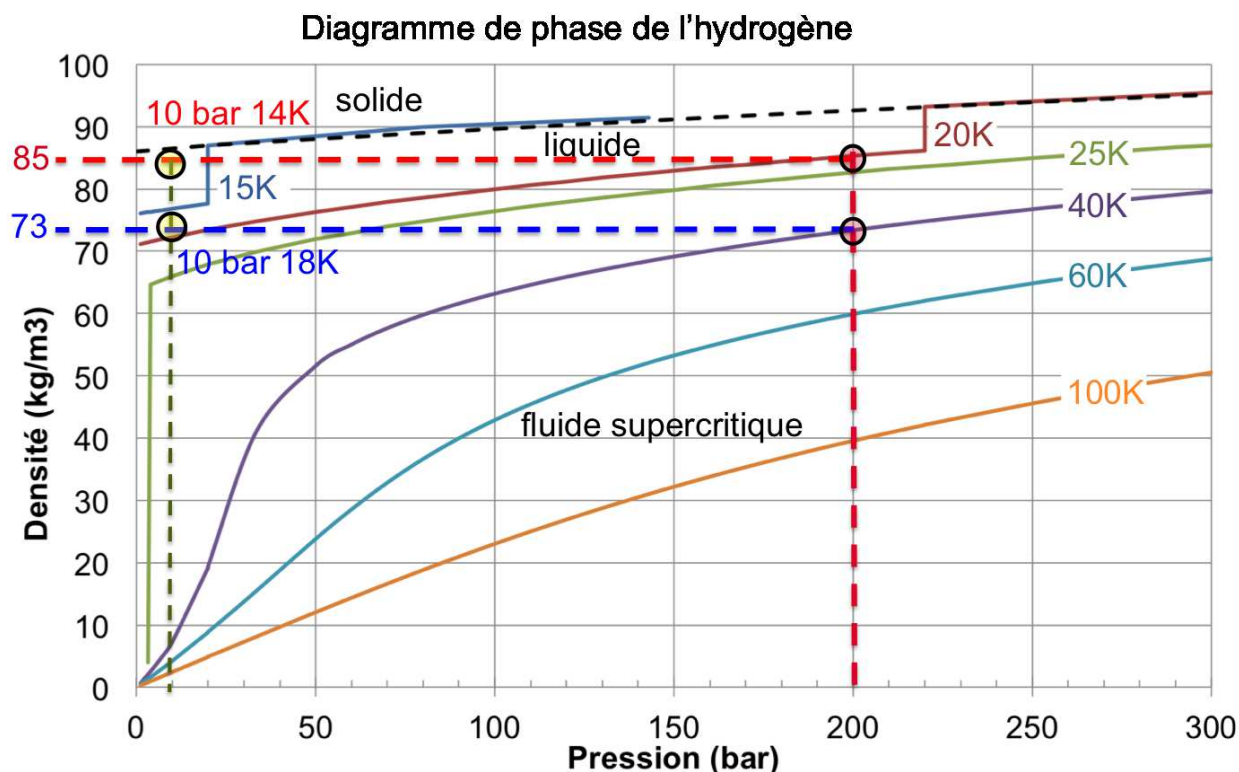


FIGURE 2.4 – Diagramme de phase de l'hydrogène. En pointillés rouges et trait plein noir : ligne d'iso-densité à 87 g/l et 76 g/l, pour des conditions de remplissage initiales représentées respectivement par les points verts. Points rouges : points d'un fonctionnement à 200 bar

Le cryostat est connecté à un tableau de vannes (figure 2.10) permettant l'injection d'hydrogène dans la cellule.

Afin de pouvoir assurer le bon déroulement de l'expérience, plusieurs appareils de mesures (températures, pressions) sont associés à un automate qui régule les actionneurs que sont les chauffages et les débitmètres régulateurs.

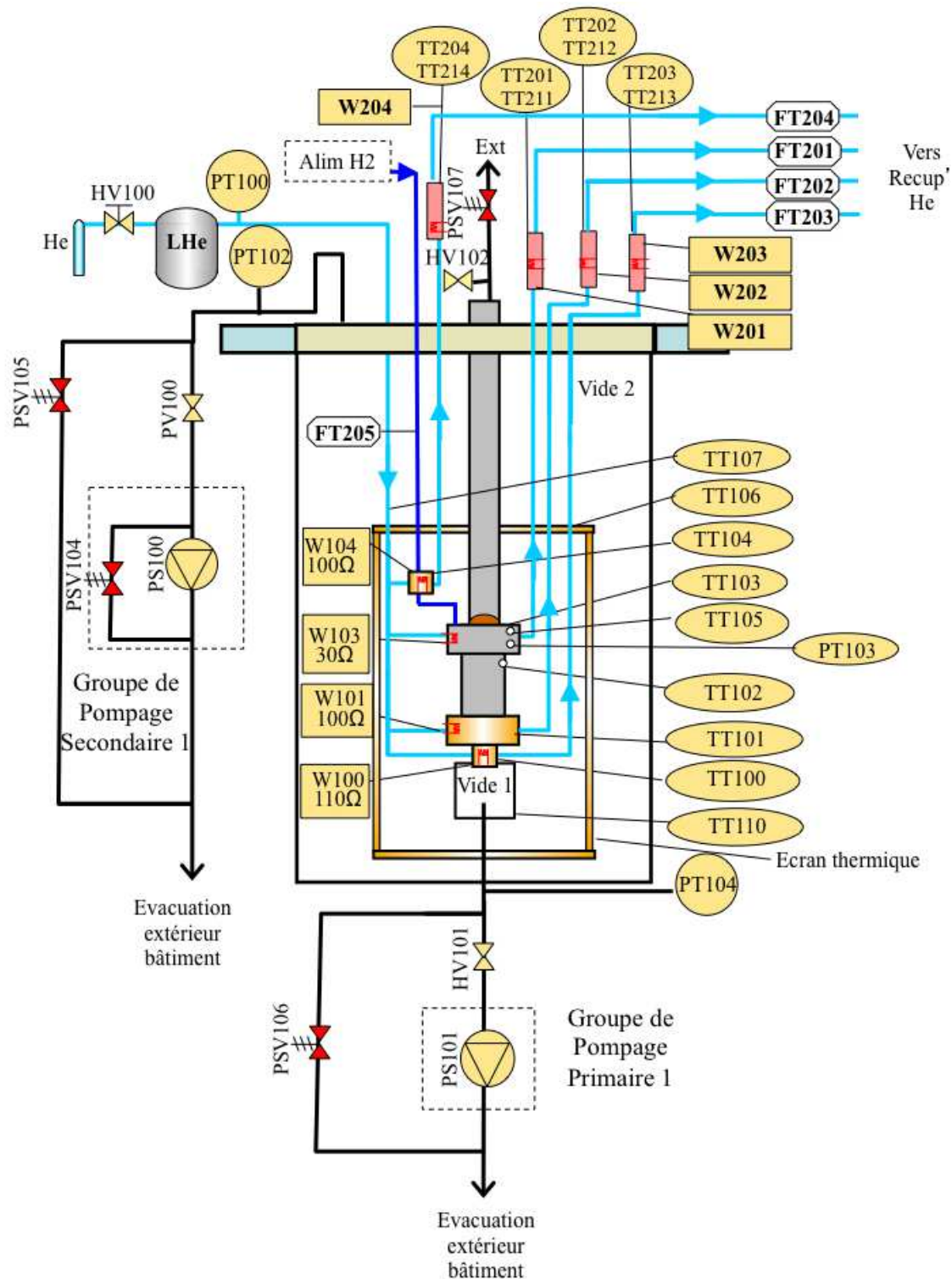
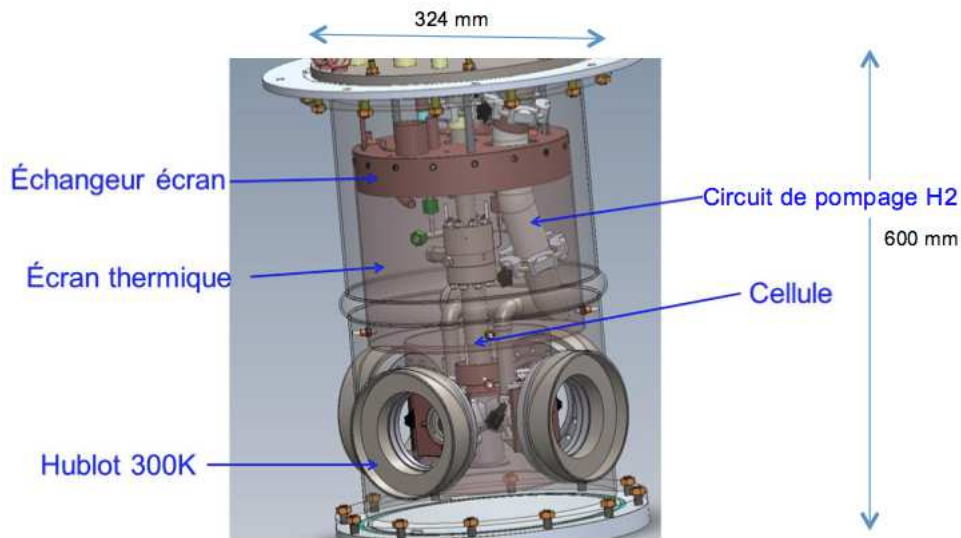


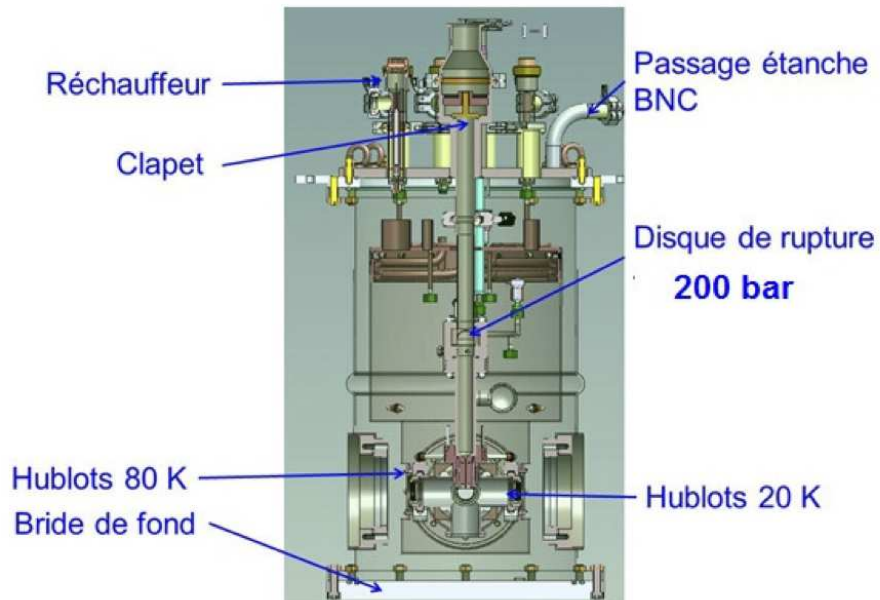
FIGURE 2.5 – Schéma de principe du cryostat SOPHIE montrant les différents circuits, capteurs et actionneurs. TTXXX représente un thermomètre, PTXXX un capteur de pression, WXXX un chauffage, FTXXX un débitmètre régulateur PSXXX un pompage secondaire, HVXXX est une vanne manuelle et PSVXXX une soupape



(a)



(b)



(c)

FIGURE 2.6 – Description du cryostat SOPHIE. (a) photo de l'installation SOPHIE, prête à fonctionner. (b) Vue 3D du cryostat. (c) Vue en coupe du cryostat avec ses divers composants.

Le cryostat

L'enceinte à vide du cryostat (Fig 2.6) est un cylindre galonné dont les dimensions sont 600 mm de hauteur, 364 mm de diamètre moyen et 3 mm d'épaisseur. Elle est fabriquée en acier inoxydable EN 1.4307 (304L). Une bride boulonnée constitue son fond. Cette enceinte repose sur un châssis métallique. Elle permet de maintenir un vide secondaire autour de la cellule d'extrusion, et ce afin d'en supprimer les apports de chaleur par convection.

La cellule

La cellule, dont le dimensionnement sera présenté dans la section suivante, est constituée d'un cylindre en acier inoxydable de diamètre intérieur 21 mm, d'épaisseur 5 mm et d'une hauteur de 105 mm, fixé à ses 2 extrémités à deux échangeurs de chaleur qui permettent d'obtenir les températures requises. Une bride est installée sur l'échangeur supérieur afin de maintenir en position un disque de rupture taré à 200 bar. Un troisième échangeur, appelé échangeur de l'extrudeuse, est installé entre l'échangeur inférieur de la cellule et la buse d'extrusion. Il est lié à la croix 6 voies dans laquelle le ruban d'hydrogène solide va sortir. Cet échangeur aura donc pour fonction principale de refroidir cette croix 6 voies en contact avec le pompage d'hydrogène.

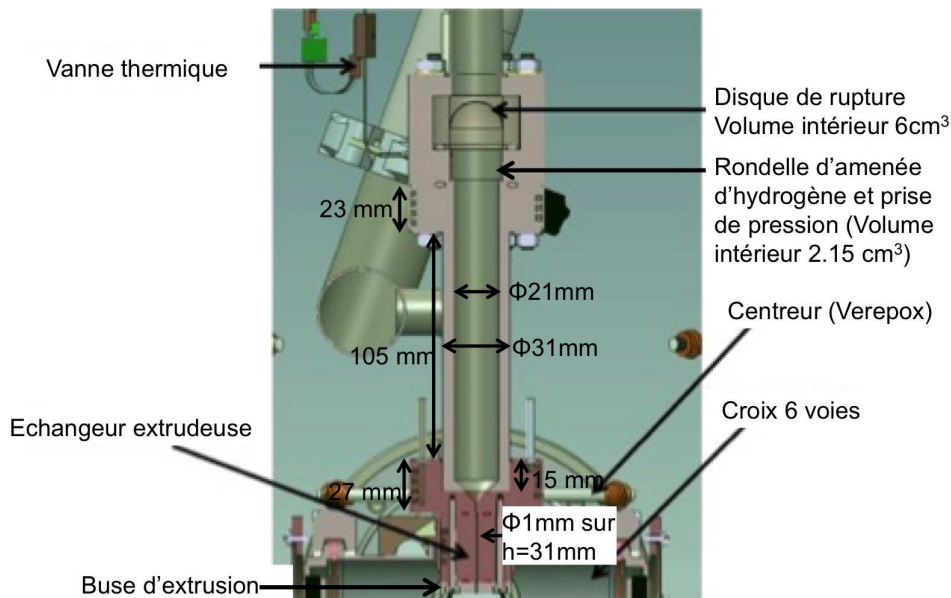


FIGURE 2.7 – Vue en coupe et description de la cellule SOPHIE.

La cellule expérimentale peut contenir 60 cm^3 d'hydrogène, sous ses différentes phases solide, liquide, gaz et supercritique. Lors du remplissage, de l'hydrogène gazeux, sous 10 bar est injecté dans la cellule. La mesure de pression est effectuée au niveau de la rondelle d'amenée d'hydrogène, comme indiqué sur les figures 2.7 et 2.8(a) Celui-ci est progressivement liquéfié puis solidifié. Une fois le remplissage terminé, la cellule est isolée du reste de l'installation à l'aide d'une vanne. Il y a alors environ 3 g d'hydrogène dans la cellule.

Au cours de l'opération d'extrusion, l'hydrogène au sein de cette cellule, isolée du reste de l'installation, peut monter jusqu'à 200 bar.

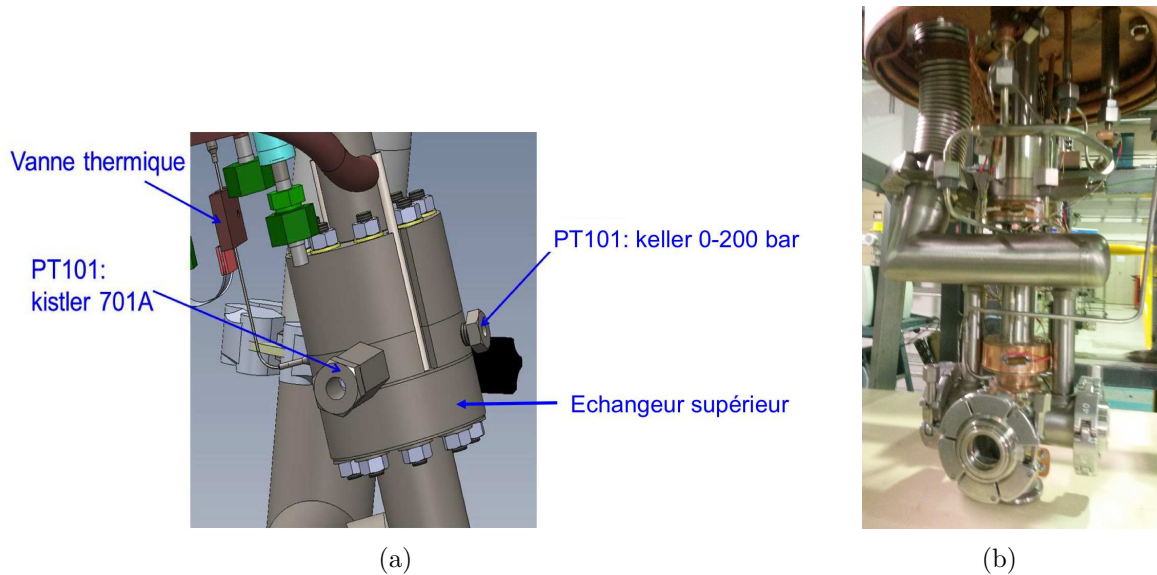


FIGURE 2.8 – (a) Vue CAO 3D de l'implantation des capteurs de pression de la cellule (b)Photo de la cellule SOPHIE, montée sur la croix 6 voies permettant l'observation du ruban d'hydrogène suivant deux directions au travers de hublots en saphir.

Les buses utilisées

Une buse d'extrusion se compose de deux demi-buses, emboîtées dans une troisième pièce, appelée corps de la buse. Ces buses sont en inox 304L. Les photos ci-dessous présentent un ensemble complet de buses dont la largeur utile d'extrusion est de $100\text{ }\mu\text{m}$. Ces buses ont été réalisées en trois parties pour une facilité d'usinage. L'étanchéité

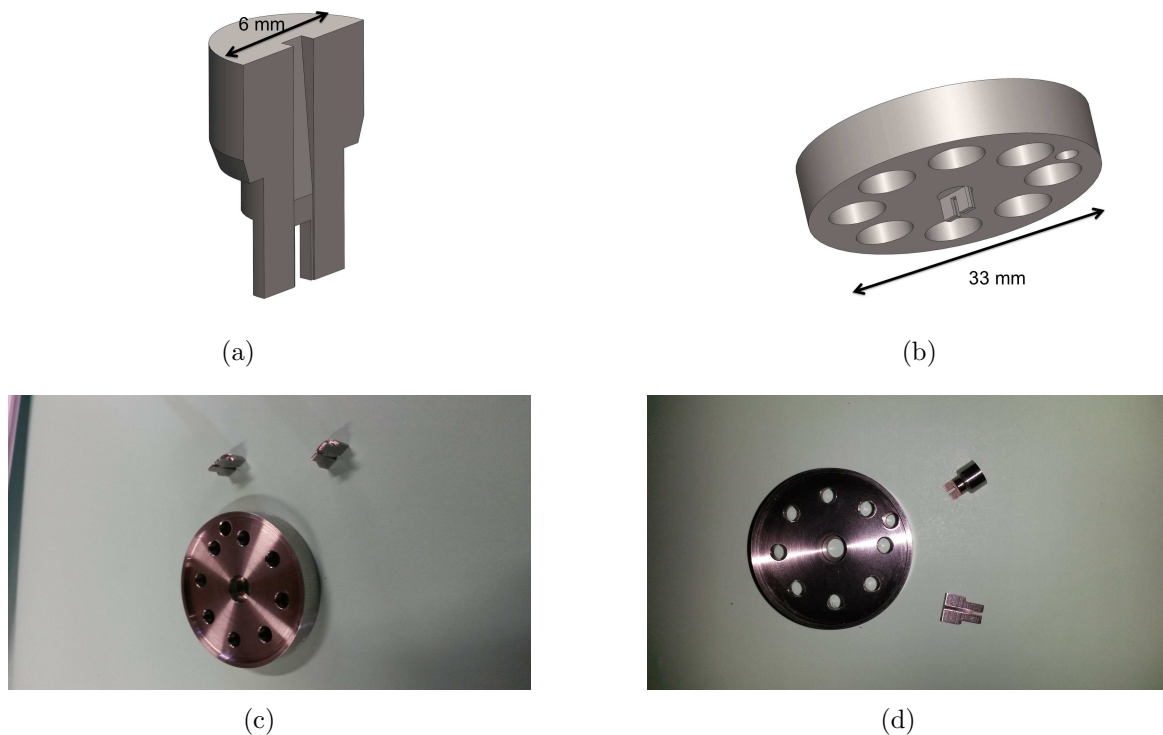


FIGURE 2.9 – (a) vue 3D d'une demi-buse. (b) Vue 3D de l'assemblage des demi-buses dans le corps de buse. (c) et (d) Photos d'une buse d'extrusion, composée de 3 parties.

entre les deux demi-buses est obtenue grâce à un serrage mécanique de type H7m6 avec le support de buse. Ce montage permet également le démontage de la buse en cas de bouchage mécanique de celle-ci par des particules solides. Les techniques de micro-usinage actuelles semble permettre de réaliser des buses de plus faibles épaisseurs (100 voire 10 nm). Cependant les pressions nécessaires pour extruder deviendraient beaucoup plus élevées et une nouvelle cellule permettant de contenir cette pression devrait être conçue. L'augmentation de l'épaisseur des parois augmenterait alors les apports de chaleur sur le bas de la cellule.

Pour réaliser des rubans de si faible épaisseur à partir du dispositif actuel, on peut envisager l'utilisation d'un système qui sublimerait de manière contrôlée le ruban (de type laser ou corps noir émettant à une température correspondant aux raies d'absorptions de l'hydrogène)

Instrumentation et pompage

Le cryostat est équipé de plusieurs types de capteurs de température, dont le choix dépend de leur gamme d'utilisation. Ils sont indiqués TTXXX sur la figure 2.5.

- De TT101 à TT105, il s'agit de sondes Cernox CX-1070, précision de l'ordre du centième de Kelvin de 77 à 4,2K.
- Les sondes TT106 ainsi que toutes les sondes TT2XX sont des sondes platines de type PT100. Elles couvrent la gamme 20K-300K et peuvent être installées aux endroits où la précision n'est pas essentielle (de l'ordre du Kelvin)
- La sonde TT107 est une sonde carbone, précise de quelques centièmes de Kelvin entre 4,2K et 20K. Cette sonde permet de connaître la température de l'hélium gazeux entrant dans la cellule.

Les actionneurs notés FT201 à FT205 sont des débitmètres régulateurs qui permettent d'obtenir les débits souhaités dans les divers circuits de refroidissements, présentés en bleu clair sur la figure 2.5. La précision de régulation est de l'ordre du Nl/h.

Les capteurs de pression notés PT1XX permettent de connaître la pression au sein de la cellule, de l'enceinte à vide du cryostat, et du vide hydrogène dans lequel le ruban est collecté et pompé. PT103 a une gamme de fonctionnement 0 à 400 bar avec une précision de l'ordre de 1 à 2 bar, tandis que PT102 et PT104 ont des gammes de fonctionnement de la pression atmosphérique jusqu'à quelques 10^{-9} mbar, avec une incertitude d'un facteur 2 sur la valeur lue.

Les actionneurs notés WXXX sont les chauffages permettant de réguler, en parallèle des débitmètres, les températures. Tandis que les chauffages W100 et W101 ne délivrent que 5 W, le chauffage W103, qui est positionné sur la partie supérieure de la cellule, peut délivrer 20 W, et ce afin d'atteindre les températures nécessaires à la montée en pression. Les chauffages W201 à W204 peuvent délivrer jusqu'à 400 W. Ils permettent de réchauffer les vapeurs d'hélium avant d'entrer dans les débitmètres

régulateurs correspondants. Les vapeurs d'hélium sont ensuite collectées avant d'être envoyées au réseau de récupération d'hélium.

Tableau de vannes d'alimentation de la cellule

Le banc de la cellule est un panneau équipé de vannes manuelles adaptées à un usage hydrogène (Figure 2.10). Il comporte une bouteille d'hélium, une bouteille d'azote et la pompe permettant de faire le vide dans la cellule. Pour des raisons de sécurité, la bouteille d'hydrogène se situe à l'extérieur du bâtiment, et est raccordée à ce tableau de vannes.

L'hydrogène est utilisé pour les expériences tandis que l'hélium est utilisé pour le rinçage de la cellule. La bouteille d'azote permet de rincer les canalisations d'évacuation d'hydrogène lors des premières expériences (mise sous gaz neutre). Cette distinction d'utilisation entre l'azote et l'hélium vient du fait que ce dernier est plus cher que l'azote. Cependant, l'azote gèle à 50 K tandis que l'hélium reste gazeux même en dessous de 10 K. Il n'y a donc aucun risque de boucher la cellule lors d'un rinçage de la cellule à l'hélium avant le début des expériences à température de l'hydrogène solide.



FIGURE 2.10 – tableau de vannes SOPHIE

2.1.1.4 Dimensionnement de la cellule

Afin de réaliser cette cellule, il a fallu entreprendre différents calculs mécaniques et thermiques.

Approche Mécanique

Pour dimensionner cette cellule, il est nécessaire de se placer dans le cas le plus défavorable, c'est à dire celui nécessitant la plus forte pression pour extruder le matériau.

On a ainsi déterminé un point de fonctionnement à 12 K et une buse d'une section de $1 \times 0,01 \text{ mm}^2$. A cette température, la figure 2.2 donne une contrainte de cisaillement d'environ $\tau = 50 \text{ kPa}$. L'équation (2.1), associée à une telle géométrie et considérant une hauteur d'extrusion $H=2 \text{ mm}$, donne une pression maximale de service de 20 MPa, soit 200 bar.

A ce stade, le volume estimé de la cellule est inférieur à 1 dm^3 . Elle entre donc dans le champ d'application de la DESP (Directive des Equipements Sous Pression, présenté en annexe A) mais n'y est pas soumise puisque relevant de l'article 7 de l'arrêté ministériel du 21.12.99. Sa fabrication sera réalisée suivant les règles de l'art du métier conformément à la DESP.

Il est nécessaire d'isoler thermiquement la partie inférieure de la partie supérieure de la cellule tout en étant capable de maintenir la partie inférieure isotherme et suffisamment refroidie pour maintenir l'hydrogène dans sa phase solide. Pour cela, différents matériaux ont été utilisés : l'échangeur inférieur est en cuivre, tandis que la partie centrale et l'échangeur supérieur sont en acier inoxydable 304L. Un dimensionnement mécanique utilisant les règles de calculs du CODAP (COde de construction Des Appareils à Pression non soumis à la flamme) a établi un premier dimensionnement de cette cellule et validé la géométrie de la cellule totale. Celle-ci a un volume total de 60 cm^3 . Les calculs ont été réalisés pour une pression de 400 bar, et ce afin d'utiliser un coefficient de sécurité de 2 vis à vis de la pression réelle de service. Il en résulte une épaisseur minimale de 5 mm pour la paroi en acier 304L du coeur de la cellule, ayant un diamètre intérieur de 21 mm, comme le montre la figure 2.11(b). Une vérification des calculs par éléments finis a ensuite été réalisée. Elle est présentée en annexe B.

Approche thermique

Les spécifications thermiques évoquées précédemment au sein du diagramme de phase ont servi de base pour le dimensionnement des deux échangeurs de chaleur. Compte tenu des températures mises en jeu, de la proximité du liquéfacteur d'hélium par rapport au laboratoire, de la simplicité de livraison et d'utilisation, ainsi que de l'aspect prototype de cette cellule en développement, il a été décidé d'opter pour une technologie de refroidissement de la cellule par circulation d'hélium gazeux.

Calcul de l'échangeur supérieur

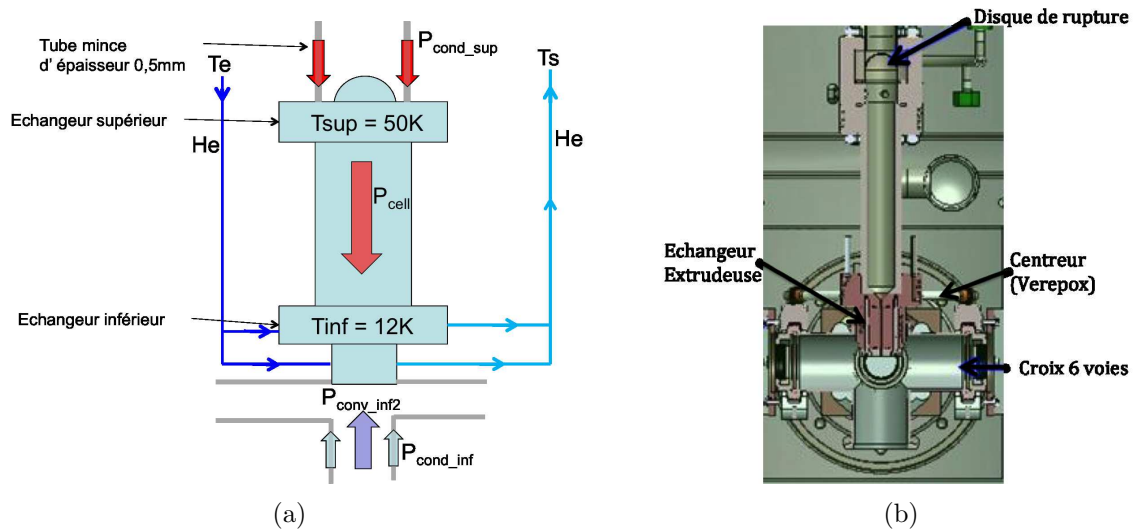


FIGURE 2.11 – (a) Bilan thermique des puissances mises en jeu sur la cellule. (b) Vue en coupe de la cellule SOPHIE avec ses différents éléments présentés

L'échangeur de chaleur supérieur a été dimensionné de telle sorte à ce qu'il puisse évacuer la puissance provenant des apports conductifs du tube mince P_{cond_sup} , et celle générée par les chaleurs sensible et latente lors des phases condensation et solidification, qui sont elles-mêmes dépendantes du temps souhaité pour cette opération.

Le tube, d'épaisseur 1 mm et d'un diamètre intérieur de 33 mm, est thermalisé à une température voisine de 80 K à l'aide de l'écran thermique qui entoure la cellule. Celui-ci est refroidi par les vapeurs d'hélium issues des échangeurs de la cellule. Il est en équilibre thermique avec le rayonnement à 300 K et les diverses puissances qui

arrivent dessus par conduction. Cette puissance est donc calculée en considérant les caractéristiques géométriques de ce tube et pour une différence de température de 80 à environ 13 K sur une longueur de 8 cm. Cette puissance conductive vaut :

$$P_{cond_sup} = \int_{T_{froid}}^{T_{chaud}} \frac{S\lambda(T)}{l} dT = 0.46 \text{ W}$$

Les valeurs de l'intégrale de conductivité sont issues d'abaques à disposition au Service des Basses Températures. L'hydrogène arrive dans la cellule à une température de 80 K, suite au pré-refroidissement au travers de l'écran. On souhaite que la cellule soit pleine de solide en 1 heure. Le débit de remplissage est donc de 60 Nl/h (Normaux litres par heure). Ainsi, la puissance à évacuer lors de la phase de solidification est de 1,6 W. En considérant une température d'entrée de l'hélium à 8 K d'un échangeur parfait, le débit nécessaire pour évacuer cette puissance additionnée à celle arrivant par conduction est de $\dot{m}_{He} = \frac{P}{H(13K,1bar) - H(8K,1bar)} = 3,3 * 10^{-5} \text{ kg/s}$ soit 742 Nl/h. H représente l'enthalpie au point considéré.

Calcul de l'échangeur inférieur

Un bilan thermique des différentes puissances mises en jeu a été réalisé. Les différents éléments schématisés sont représentés sur la figure 2.11(a). Comme la cellule est entourée par un écran thermique d'une température voisine de 80 K, les apports de chaleur par rayonnement sont considérés négligeables (de l'ordre de 10^{-2} W). De plus la cellule est sous vide secondaire. Ainsi il n'y a pas non plus d'apport de chaleur par convection, et celui lié à la conduction en régime moléculaire est négligeable.

- P_{cond_inf} (figure 2.11) correspond à la puissance apportée par conduction sur la croix séparant le vide du cryostat du vide dans lequel l'hydrogène est extrudé. Cette jonction est également thermalisée à l'aide de l'écran thermique. Cette puissance calculée en fonction des caractéristiques géométriques de la croix et pour une différence de température de 80 à 12 K vaut :

$$P_{cond_inf} = 0.46 \text{ W}$$

- P_{conv_inf2} (figure 2.11) correspond à la puissance apportée par convection par le gaz se situant dans la croix. Elle se calcule en utilisant le nombre de Rayleigh Ra définit par $Ra = Gr.Pr = \frac{g\beta\rho^2 l^3 \Delta T * C_p}{\mu * \lambda}$. avec Gr le nombre de Grashof, Pr

le nombre de Prandlt, g la gravité, β le coefficient de dilatation (environ égal à $\frac{1}{T}$ pour un gaz parfait), ΔT la différence de température entre le gaz chaud et froid, C_p la capacité thermique massique et μ la viscosité dynamique. Dans notre cas, pour l'application numérique, les propriétés sont prises à 150 K, température moyenne au sein de la canalisation d'hydrogène, entre 12 et 300 K. Le nombre de Prandlt vaut 0,7, et le nombre de Grashof pour une pression de 0,1 mbar vaut $Gr = 1,01 * 10^{-1}$, ce qui donne un nombre de Rayleigh de $Ra = 7,3 * 10^{-2}$. On calcule ensuite le nombre de Nusselt (qui représente le rapport entre les transferts thermiques convectif et conductif) pour un cylindre en convection interne grâce aux valeurs présentes dans les abaques [31]. Il vaut $Nu = 1,5 * 10^{-5}$, ce qui signifie que le transfert thermique s'effectue simplement par conduction dans le gaz. A 1 bar, le nombre de Nusselt est également inférieur à 1. En considérant la conductivité λ_{gaz} constante et indépendante de la pression, la puissance transmise par le gaz situé dans la croix est donc de $P = \frac{\lambda_{gaz} S \Delta T}{L}$, soit :

$$P_{conv_inf2} = 0,1 \text{ W pour une pression allant de 0,1 mbar à 1 bar.}$$

- P_{cell} (figure 2.11) correspond à la puissance apportée par conduction entre les deux échangeurs de la cellule. Celle-ci est calculée en fonction de la géométrie de la cellule et pour une différence de températures entre 50 et 12 K. Elle vaut :

$$P_{cell} = 0,53 \text{ W}$$

Pour que la cellule soit en équilibre thermique, la puissance totale à évacuer par l'échangeur inférieur est de :

$$P_{totale} = P_{cond_inf} + P_{conv_inf2} + P_{cell}$$

soit $P_{totale} = 1,09 \text{ W}$

Ainsi, il a fallu dimensionner les deux échangeurs pour évacuer les puissances calculées ci-dessus. Lors de la phase de mise en froid, les températures des deux échangeurs sont contrôlées afin de ne pas faire subir une grande différence de température qui pourrait créer des contraintes résiduelles au sein des différents matériaux (cuivre et inox).

Les régulations thermiques se font à l'aide du couple chauffage/débit d'hélium au niveau de chaque échangeur. Pour un débit fixé, les chauffages, pilotés par un automate au travers de PID, réagissent pour atteindre la consigne demandée.

En fonctionnement nominal, le débit d'hélium dans l'échangeur supérieur est faible.

L'effet recherché étant l'élévation de température, il est inutile de refroidir cet endroit à cet instant. C'est la raison pour laquelle la branche du circuit hélium l'alimentant n'est pas représentée sur la figure 2.11. Ainsi, en fonctionnement nominal, c'est l'échangeur inférieur qui doit évacuer la totalité de la puissance P_{totale} calculée ci-dessus. Celui-ci est en fait composé de deux échangeurs identiques, comme on peut le voir sur la figure 2.11(b) : l'un présent en bas de la cellule, et l'autre au niveau de la croix, que l'on appellera échangeur extrudeuse.

Ces échangeurs ont été dimensionnés en considérant :

- une température d'entrée T_e d'hélium de 8 K. Cette température est le résultat de l'apport des pertes statiques du siphon de transfert d'hélium pour un débit donné.
- une température de sortie T_s d'hélium de 12 K imposée à la sortie de l'échangeur.
- une puissance P_{regul} de 1 W supplémentaire apportée par le chauffage au niveau de l'échangeur inférieur pour la régulation
- un échangeur unique et parfait
- l'hélium gazeux monoatomique est considéré parfait. Ainsi sa chaleur spécifique à pression constante C_p est considérée comme constante et vaut $5200 \text{ J.kg}^{-1}.K^{-1}$.

La puissance échangée vaut $P = \dot{m}.C_p\Delta T$. avec \dot{m} le débit massique

Le débit d'hélium nécessaire en fonctionnement nominal est de :

$$\dot{m} = \frac{P_{totale} + P_{regul}}{C_{p_{helium}} \cdot \Delta T}$$

soit $\dot{m} = 9,95 * 10^{-5} \text{ kg/s}$, soit 2000 Nl/h

Nous disposons de deux échangeurs thermiques entre le bas de la cellule et la buse d'extrusion. Chacun d'eux a été dimensionné de manière à avoir une surface d'échange suffisante pour assurer un fonctionnement nominal à $8,93 * 10^{-5} \text{ kg/s}$, soit 1800 l/h, qui correspond à la plage de fonctionnement des débitmètres régulateurs à notre disposition. La somme de ces deux débits disponibles est bien supérieure au débit nécessaire au fonctionnement de l'installation.

2.1.1.5 Comportements de l'hydrogène dans la cellule

Remplissage

Le remplissage initial de la cellule conditionne le comportement thermique régissant l'extrusion. En effet, comme indiqué sur la figure 2.4, pour un remplissage moindre, qui correspond à une plus faible densité molaire, il est nécessaire de chauffer davantage le même volume pour atteindre une pression identique.

C'est pourquoi on va chercher à optimiser le remplissage, et ce en analysant différents scénarios possibles lors de cette phase. Un modèle simplifié de la cellule a été réalisé avec le module de dynamique des fluides CFX ANSYS. Il est représenté en axi-symétrique et est composé d'un cylindre plein représentant l'hydrogène, entouré d'un tube de 5 mm d'épaisseur, représentant la paroi de la cellule. Les équations de la chaleur sont résolues sur le système. Un coefficient d'échange thermique infini est imposé à la paroi, traduisant un très bon contact thermique entre l'inox et l'hydrogène. Les propriétés thermiques des matériaux, telles que la densité, la conductivité thermique, la chaleur latente de solidification, ou encore la capacité calorifique sont entrées comme présenté sur la figure 2.12. Au cours des simulations, une pression de 10 bar est imposée pour l'hydrogène. Cette valeur provient d'une limitation expérimentale due à la présence d'une soupape tarée à cette valeur sur le tableau de vannes d'injection d'hydrogène.

A l'état initial, la température T1 du bas de la cellule est imposée à 12,7 K, afin de démarrer la simulation dans un état où l'orifice d'extrusion est bouché. Elle restera fixe tout au long de la simulation. La température T2 du haut de la paroi en inox, correspondant à l'endroit où se situe le capillaire de remplissage est quant à elle imposée à 30 K. Ainsi, à l'état initial, un gradient est présent au sein des deux matériaux. Cet état initial est maintenu pendant une durée de 50 secondes fixée arbitrairement permettant de s'assurer que la descente en froid débute à partir d'un régime établi.

La température T2 va ensuite diminuer progressivement jusqu'à atteindre 14.5 K, correspondant au point de solidification à 10 bar. Passée cette température, le capillaire d'injection se bouche, et il n'est alors plus possible de remplir davantage la cellule. A chaque pas de temps, un nouveau gradient de température s'établit dans la pièce en inox, et par diffusion, les lignes d'iso-températures se propagent également dans l'hydrogène.

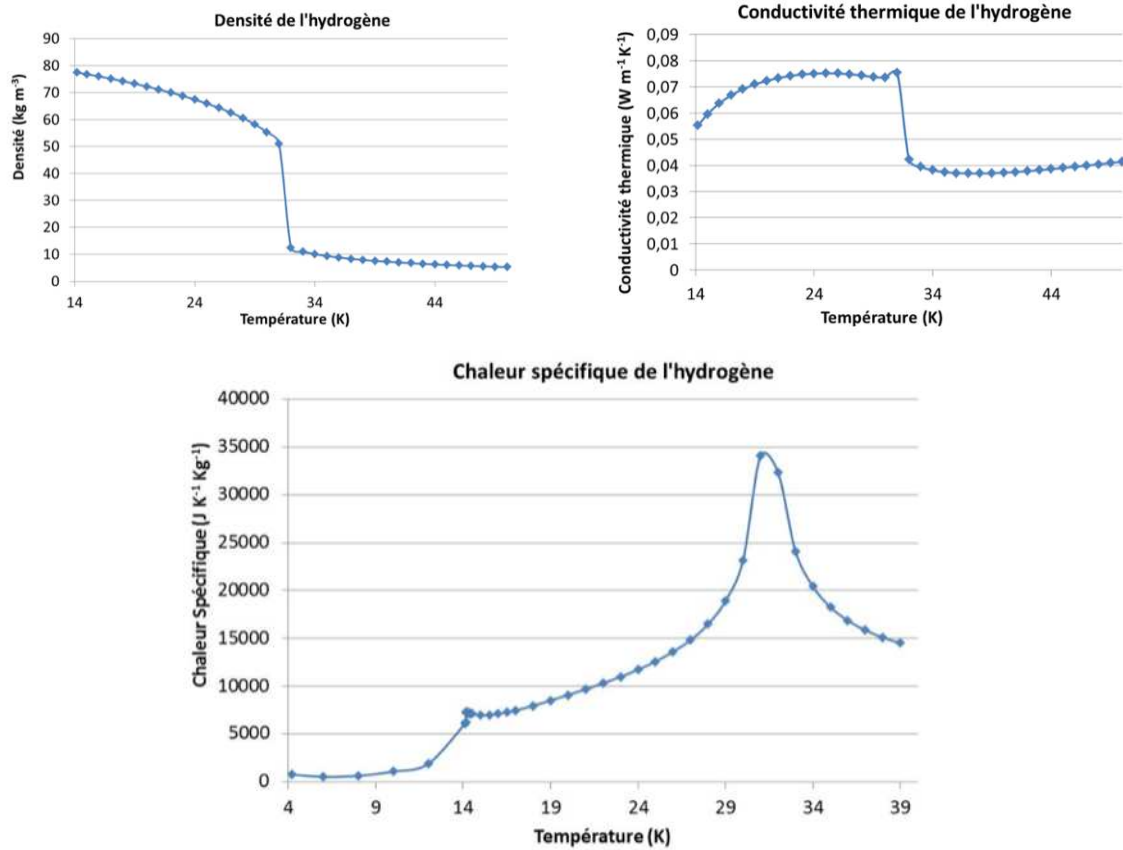


FIGURE 2.12 – Propriétés de l'hydrogène sous 10 bar en fonction de la température. Les conductivités et densités sont supposées constantes dans la phase solide (pour des températures inférieures à 14,5 K à cette pression). Les changements de phase sont pris en compte lors des discontinuités de chaleur spécifique

Il est utile de préciser que ces simulations ont été réalisées en considérant un volume monophasique. L'ajout de matière lors de la phase de remplissage est supposé sans apport de chaleur. La masse totale augmente continuellement au cours du refroidissement. En outre, si la chaleur latente de condensation a bel et bien été modélisée, la variation de densité du matériau ne l'a été que dans les phases gazeuses et liquide. Celle du solide a été prise égale à celle du liquide à 14 K. Il en est de même pour la conductivité thermique du solide, prise égale à $0,05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Il s'agit d'un calcul purement thermique, donnant une première idée du comportement au sein de la cellule lors du remplissage.

La simulation consiste à étudier une descente de la température T2 jusqu'à 14,55 K

en 1500 secondes, et d'observer la variation du niveau de solide lorsque le haut de la cellule reste à cette température, à peine au dessus du point de solidification, pendant 5000 secondes après la descente en température.

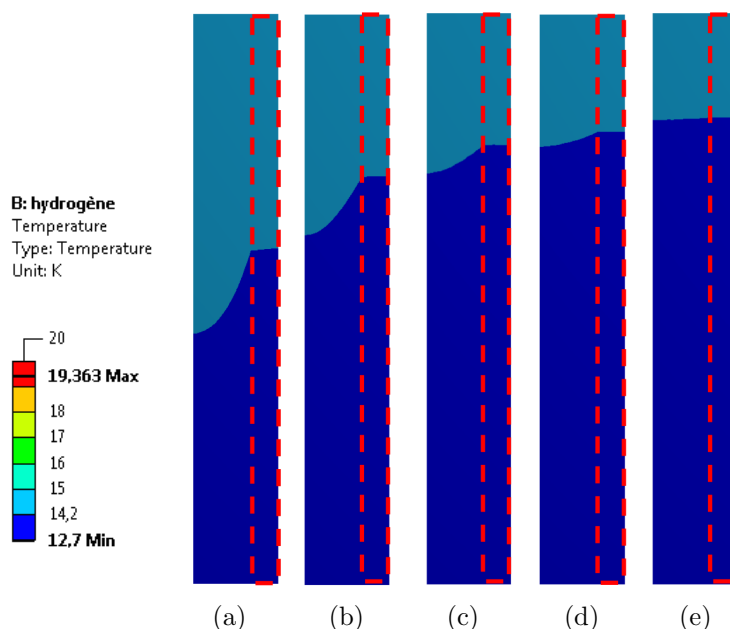


FIGURE 2.13 – Front de solidification de l'hydrogène en fonction du temps : (a) 2750 s, (b) 3050 s, (c) 3350 s, (d) 3650 s, (e) 4550 s

Les résultats obtenus sont quantitatifs et sont valables pour des temps longs vis à vis du temps de diffusion de l'hydrogène. En effet, compte tenu des hypothèses utilisées (matériau monophasique, etc..), les effets dûs à la convection naturelle dans la cellule au début de la descente en froid ne sont pas pris en compte. Ceux-ci proviennent du gradient de température élevé entre les deux extrémités de la cellule. Ainsi, seuls les états pour lesquels cet effet n'est plus présent sont quantitativement utiles à analyser. Par conséquent, les temps d'analyse présentés 2.13 ne correspondent par forcément à la réalité mais l'évolution et l'état final s'en approchent.

La figure 2.13 montre que plus le temps d'attente est important, plus le front de solidification progresse vers le haut de la cellule, et ce jusqu'à atteindre un plateau au bout d'environ 5000 s, soit 1h23min. On remarque cependant qu'au bout de 3350 s, soit environ 55 minutes, ce front asymptote son maximum, fixé à l'aide de la condition limite de température T_2 , supérieure au point de solidification de l'hydrogène à cette pression. Ainsi, cette approche simplifiée semble cohérente et lors du remplissage de

la cellule selon ces conditions de régulation de T2, un temps de remplissage de l'ordre d'une heure peut être considéré.

Cette même simulation a été réalisée avec des descentes initiales en température T2 de 600 et 5000 secondes. De légères différences de niveaux ont été observées, favorisant la descente la plus courte en température.

Ainsi, on peut en déduire qu'un remplissage optimal peut être obtenu en régulant une descente de la température T2 la plus rapide possible jusqu'à une température légèrement supérieure au point de solidification à la pression considérée, et patienter environ 3000 secondes supplémentaires. Compte tenu de la durée des expérimentations, on peut raisonnablement fixer ce temps de descente autour de 5000 secondes.

Une approche analytique simple d'estimation de la hauteur du front de solidification est présentée ci-dessous. Contrairement à l'approche numérique, celle-ci ne prend pas en compte la dynamique temporelle associée, et considère uniquement l'hydrogène sous phase solide et liquide, sans prendre en compte l'effet de la paroi en inox. La température T1 du bas de la cellule est maintenue constante à 12,7 K. La température à l'interface liquide-solide est aussi quasi constante (14,3 K). Ce gradient de température entre le bas de la cellule et l'interface impose un flux f1 dépendant de la distance entre le bas et l'interface.

Par ailleurs la température du haut de la cellule est également imposée (14,55 K). Donc on a également un flux thermique f2 provenant du haut de la cellule dû au gradient de température entre le haut de la cellule et l'interface et dépendant de la distance entre ces deux positions. L'interface progressant vers le haut de la cellule tend à augmenter le flux f2 et diminuer le flux f1. Tant que le flux f1 reste supérieur (en valeur absolue), il y a solidification dans la cellule et l'interface progresse en hauteur.

Un équilibre thermique peut être envisagé avec une interface positionnée de telle sorte que les deux flux thermiques surfaciques soit égaux :

$$W = \frac{\lambda_{liquide}(T2 - T_{interface})}{D1} = \frac{\lambda_{solide}(T_{interface} - T1)}{D2}$$

Avec D1 la distance de T2 à l'interface et D2 la distance de l'interface à T1. La distance

totale $D1+D2$ vaut 0,1 m. Soit pour des températures fixées

$$D1 = \frac{0,1}{\frac{\lambda_{solide}(T_{interface}-T1)}{\lambda_{liquide}(T2-T_{interface})} + 1}$$

Ainsi on voit qu'en faisant tendre $T2$ vers $T_{interface}$, cette distance $D1$ tend vers 0, et donc la cellule est totalement pleine de solide, puisque le front de solidification se situe à une distance $D2=0,1$ m. Cependant, cette diminution de la température $T2$ doit être réalisée vers la fin du remplissage, afin de ne pas solidifier l'hydrogène dans le capillaire d'injection, et boucher l'arrivée d'hydrogène.

Évolution pression/température au sein de la cellule

Le comportement thermique au sein de la cellule peut être prédit grâce aux équations d'état de l'hydrogène, implémentées au cœur d'une Macro Microsoft Excel. Celle-ci modélise la cellule pure d'hydrogène en 1 dimension, définie par 100 mailles suivant sa hauteur. On suppose que l'on travaille en régime quasi-stationnaire. Ainsi, on calcule le profil de température au niveau de la paroi en inox, discrétisé de la même manière que l'intérieur de la cellule, et on impose cette distribution en température à l'hydrogène dans la cellule.

Durant le procédé, la masse d'hydrogène reste constante. Ainsi, à l'aide des équations d'états, du profil de température imposé par l'inox et de la pression imposée par l'utilisateur, on peut calculer les valeurs des propriétés du matériau pour chaque maille de la cellule (principalement la conductivité thermique et la masse volumique). Il est alors possible de repérer la hauteur de solide présent dans la cellule et les diverses autres phases qui peuvent également coexister, en fonction des paramètres appliquées (liquide, gaz et/ou supercritique). Compte tenu de la conservation de la masse, il est ainsi possible de connaître l'évolution de la pression au sein de la cellule en fonction de la variation de température de sa partie supérieure. On en déduit à la fois les températures nécessaires pour l'obtention des pressions désirées pour l'extrusion et les hauteurs des différents fronts (solide/liquide et liquide/gaz).

Les calculs réalisés montrent que plus la cellule est remplie, moins il est nécessaire d'élever la température pour obtenir une pression donnée.

De plus, l'écart de température nécessaire pour passer d'une pression $P1$ à une pres-

sion P2 est plus important au fur et à mesure que la masse initiale diminue, ce qui est cohérent avec les observations faites sur la figure 2.4. A noter toutefois que la méthode implémentée ici prend en compte le gradient de température vertical dans la cellule, ce que ne permet pas l'utilisation simple de la figure 2.4 représentant le diagramme d'état de l'hydrogène.

Vidage de la cellule

A mesure que le ruban d'hydrogène solide s'écoule dans le vide, la masse d'hydrogène présente dans la cellule diminue. Il est donc nécessaire d'augmenter la température T2 du haut de la cellule afin de conserver une pression constante malgré cette perte de matière. A partir de la vitesse d'extraction et de la section de passage, le débit massique peut être calculé. Ainsi, on déduit la masse perdue pendant la durée désirée, et par conséquent la masse restante dans la cellule. On calcule alors la température nécessaire à l'obtention de la même pression.

La figure 2.14 montre une très bonne corrélation entre les résultats prédictifs et expérimentaux, pour une vitesse d'extrusion moyenne de l'ordre de 2,5 mm/s, montrant qu'au vu des temps mis en jeu, un calcul 1D quasi-stationnaire rend bien compte de la physique mise en jeu.

Une approche analytique du phénomène, basée sur la géométrie présentée sur la figure 2.15, a également permis de valider les calculs précédents. Dans celui-ci, T1 correspond à la température froide (en bas de la cellule) et T2 à la température chaude (en haut de la cellule). De même que précédemment, on suppose l'équilibre stationnaire pour chaque point calculé.

On suppose de plus que les isothermes en température forment des horizontales, imposées par le flux thermique W_{inox} circulant dans l'inox. On a donc

$$W_{inox}(T1, T2) = S_{inox} \int_{T1}^{T2} \frac{\lambda_{inox}(T)}{L} dT$$

et également

$$dx = \frac{S_{inox} \lambda_{inox}(T) dT}{W_{inox}(T1, T2)}$$

Ici le flux dans l'inox est supposé constant du haut vers le bas, et ce même si des petits apports ou retraits latéraux peuvent se produire du fait de l'hydrogène.

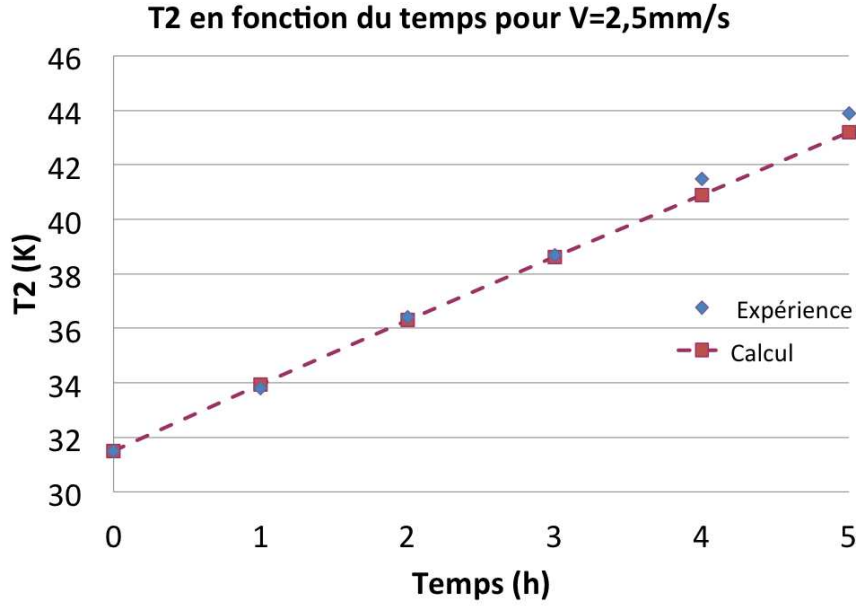


FIGURE 2.14 – Variation de la température T2 au sein de la cellule afin de conserver une pression constante de 130 bar au cours du temps. Les calculs ont été réalisés à partir du programme Excel

Ainsi il vient

$$dx = L \frac{\lambda_{inox}(T)dT}{\int_{T1}^{T2} \lambda_{inox}(T)dT}$$

Cette même discrétisation spatiale dx est appliquée à l'hydrogène. Il en résulte :

$$dm = \rho_{H2}(T)S_{H2}dx = \rho_{H2}(T)S_{H2}L \frac{\lambda_{inox}(T)dT}{\int_{T1}^{T2} \lambda_{inox}(T)dT}$$

Le volume total de la cellule vaut $V_{cell} = S_{H2} * L$, ainsi on a une masse totale dans la cellule de :

$$M = V_{cell} \frac{\int_{T1}^{T2} \rho_{H2}(T)\lambda_{inox}(T)dT}{\int_{T1}^{T2} \lambda_{inox}(T)dT} \quad (2.2)$$

Cette dernière expression relie la masse d'hydrogène dans la cellule aux températures T1 et T2 : $M=f(T1,T2)$. Ainsi, en fixant la température T1, il est possible d'évaluer la variation de masse dans la cellule en fonction de T2. La régulation PID, utilisée lors des mesures présentées en figure 2.14, nous indique la variation de température T2 en fonction du temps nécessaire pour conserver une pression constante dans la

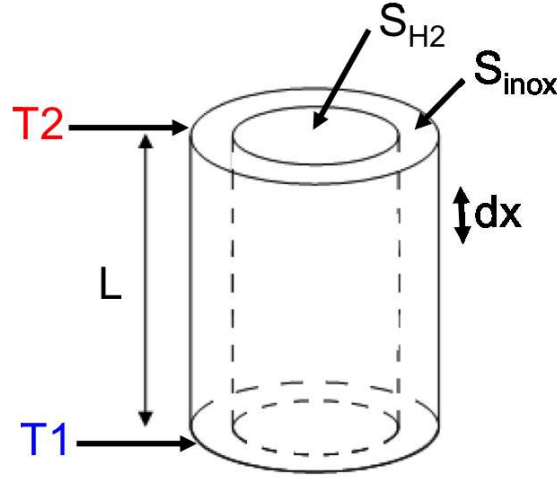


FIGURE 2.15 – Schéma explicatif de la géométrie utilisée dans le modèle établi

cellule due à la perte de matière lors de la phase d'extrusion. La connaissance de cette évolution permet donc, à l'aide de la relation 2.2, de connaître l'évolution temporelle de la masse de la cellule, $M(t)$ et donc également le débit masse $\frac{dM}{dt}$. Celui-ci va permettre de corréler les mesures d'épaisseur et/ou de vitesse d'écoulement présentées dans le prochain chapitre.

2.1.2 Le cryostat ELISE

2.1.2.1 Présentation générale

Comme nous le verrons dans le prochain chapitre, le cryostat SOPHIE a permis la validation du concept d'extrusion, et la réalisation de rubans d'hydrogène solide de 100 et 50 micromètres d'épaisseur.

Plusieurs opportunités se sont alors présentées. Les équipes de physiciens des plasmas de PALS (à Prague) et du LULI (à Palaiseau) ont demandé une étude de l'adaptation du prototype SOPHIE pour l'installation sur leur chambre laser respective. Leur objectif est d'utiliser ces cibles solides dans le cadre de l'étude de l'interaction laser/-matière. C'est ainsi qu'est né le projet ELISE (Experiments on Laser Interaction with Solid hydrogEn target).

Le principe d'extrusion est identique à celui utilisé dans le cadre du projet SOPHIE. La principale différence réside dans le fait que le ruban sort directement dans la chambre

à vide du laser, dont les parois sont à la température ambiante et qui, par conséquent apportent un rayonnement thermique supplémentaire sur le ruban.

De plus ces mêmes équipes souhaitent également des cibles d'une épaisseur pouvant descendre jusqu'à $10\ \mu\text{m}$ en conservant une largeur de ruban de 1 mm. Pour cela, les calculs préliminaires montrent que la cellule doit monter à des pressions de l'ordre de 300-400 bar. L'utilisation de l'hydrogène sous de telles pressions ferait entrer la cellule actuelle dans la catégorie III de la directive DESP. Sa fabrication est alors soumise à plus de contraintes, telles que les certificats matières, les certifications par des sociétés agréées de type APAVE, etc...

Dans ce cadre, une nouvelle cellule a été conçue afin de prendre en compte ces contraintes. Par ailleurs, un système permettant le déplacement vertical de l'ensemble a également été conçu afin de positionner le bas de la buse à quelques millimètres au dessus du point de focalisation du laser. Ce système mobile permet de pouvoir s'adapter à différentes géométries de chambre à vide. Une fois la hauteur réglée, plus aucune pièce mécanique n'est en mouvement.

2.1.2.2 Dimensionnement thermique

Un dimensionnement thermique identique à celui réalisé pour SOPHIE a été effectué. Celui-ci prend notamment en compte les apports conductifs du soufflet sur le bas de la cellule, d'une puissance de 0,3 W, qui sont légèrement inférieurs à la puissance qui était apportée par la croix (0,46 W). De plus, le système de pompage installé dans la chambre d'extrusion (pompe turbo-moléculaire de 1000 l/s) est plus performant que pour SOPHIE et permet d'avoir un niveau de vide de l'ordre de $10^{-4} - 10^{-5}$ mbar durant l'extrusion, ce qui rend les pertes par convection négligeables. A titre de comparaison, sur l'installation SOPHIE, la pompe primaire utilisée permettait de descendre à des valeurs de pression de l'ordre du dixième de millibar lors de l'extrusion.

2.1.2.3 Descriptif de l'installation

Comme nous pouvons le voir sur le schéma 2.16, il y a également deux vides différents : celui du cryostat lui-même, et celui dans lequel le ruban d'hydrogène s'écoule, qui représente la chambre laser. Les figures 2.17 et 2.18 montrent les diverses étapes d'assemblage du cryostat.

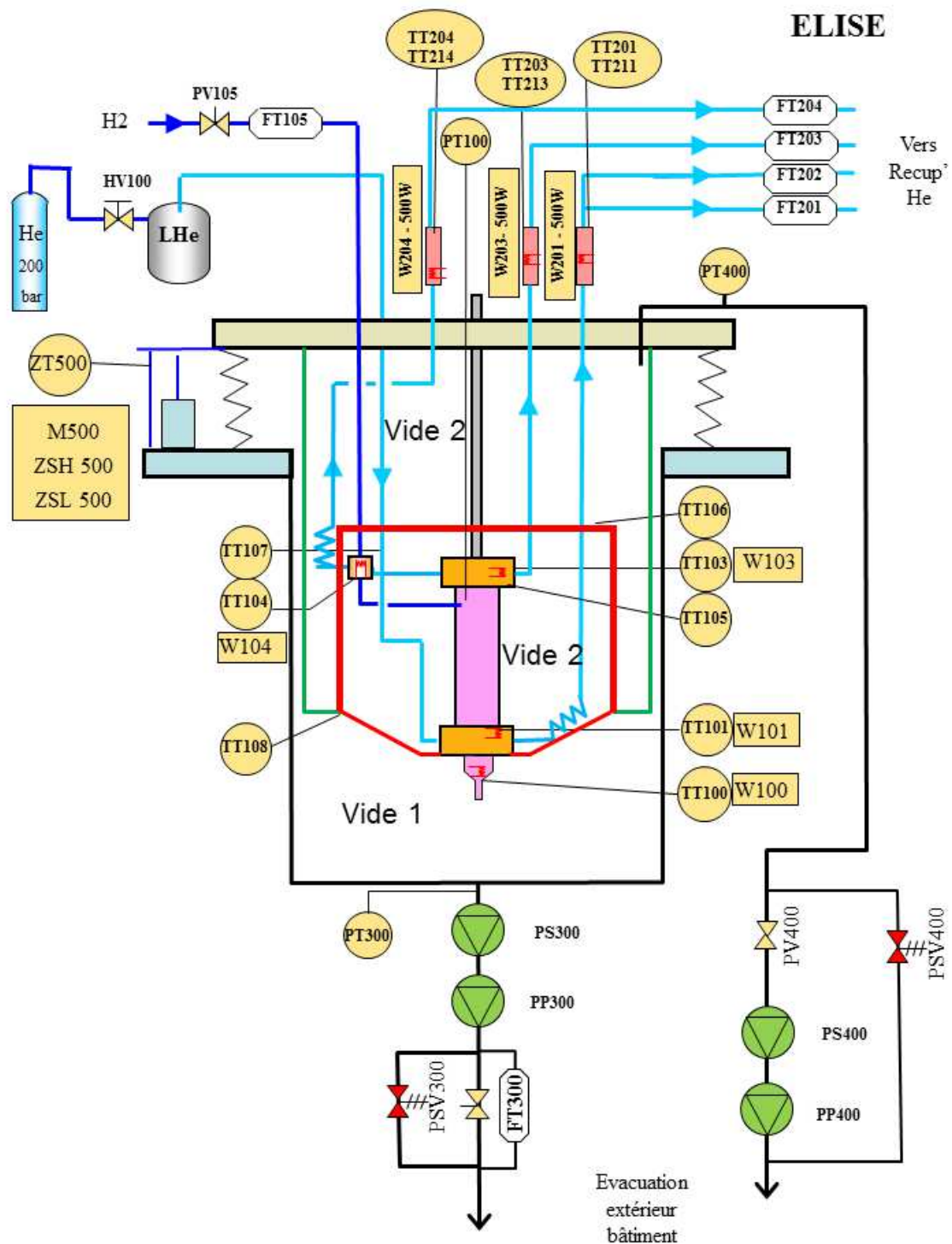
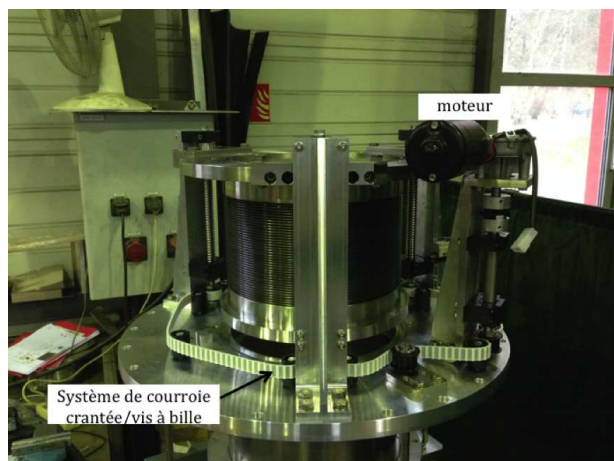
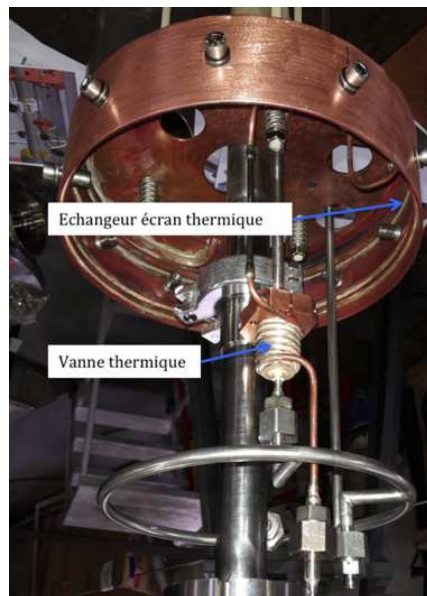


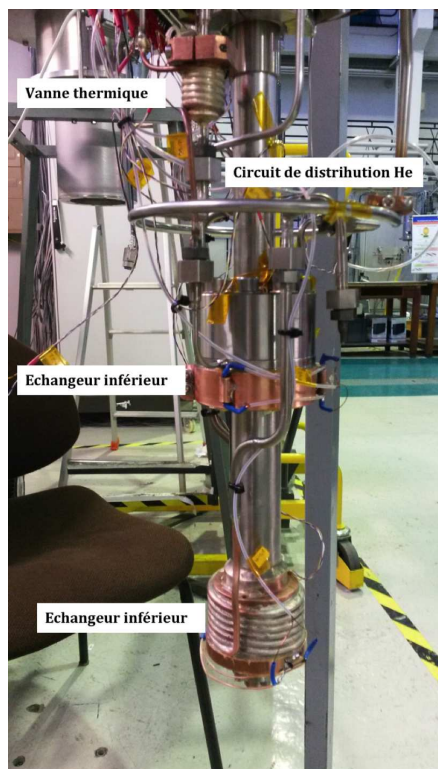
FIGURE 2.16 – Schéma de principe du cryostat ELISE. ZT500 représente un capteur de déplacement linéaire et M500 est le moteur pilotant le système de montée-descente du cryostat. ZSH et ZSL sont des capteurs de fin de course. L'écran thermique est représenté en rouge, et la limite du vide du cryostat est représenté en vert



(a)



(b)



(c)



(d)

FIGURE 2.17 – Description du montage du cryostat ELISE. (a) Système de montée-descente à base de courroie crantée et vis à billes. (b) Photo de la vanne thermique permettant de fermer la cellule une fois remplie. (c) montage et câblage de la cellule avec la vanne thermique. (d) installation de l'ensemble cellule sur le soufflet.



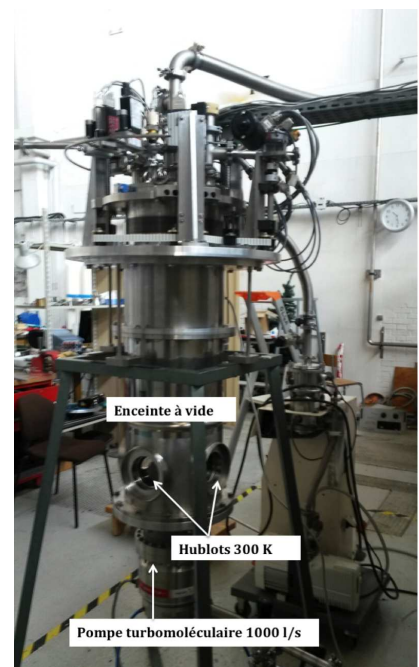
(a)



(b)



(c)



(d)

FIGURE 2.18 – Description du montage du cryostat ELISE. (a) mise en place de l'écran thermique, entouré de super-isolant (b) Installation de l'ensemble dans la chaussette en inox. (c) installation de l'écran thermique autour du soufflet. (d) Fermeture du cryostat, après l'installation de l'écran thermique autour du soufflet.

2.1.2.4 La cellule

La cellule expérimentale d'ELISE respecte les contraintes imposées par la DESP. Elle permet de monter à une pression de 400 bar. Un disque de rupture taré à cette pression y est installé.



FIGURE 2.19 – Photo de la cellule ELISE

2.1.2.5 Les buses

Plusieurs buses d'extrusion ont été réalisées afin

- d'étudier l'écoulement du solide dans diverses géométries : cylindriques (avec diamètre $200\ \mu\text{m}$ sur une longueur de 4 mm), et rectangulaires de diverses sections de passage ($1 \times 0,01\ \text{mm}^2$, $1 \times 0,025\ \text{mm}^2$, $1 \times 0,05\ \text{mm}^2$ et $1 \times 0,1\ \text{mm}^2$)
- de réaliser des rubans d'épaisseur distincte

Pour faire l'analogie entre l'écoulement de poiseuille d'un fluide et d'un solide, les buses cylindriques sont conçues de telle sorte que la longueur de passage finale soit égale à 20 fois son diamètre, pour assurer un écoulement en régime établi.

Comme pour SOPHIE, les buses d'extrusions sont constituées de 3 parties : deux demi-buses qui sont assemblées serrées dans une troisième pièce appelée corps de la buse.

La figure 2.20 montre deux échantillons de deux demi-buses. Une fente est réalisée afin d'observer l'écoulement tout en conservant le guidage du cylindre. Le corps de buse est légèrement différent de celui réalisé pour SOPHIE, afin de prendre en compte les besoins des expériences laser.

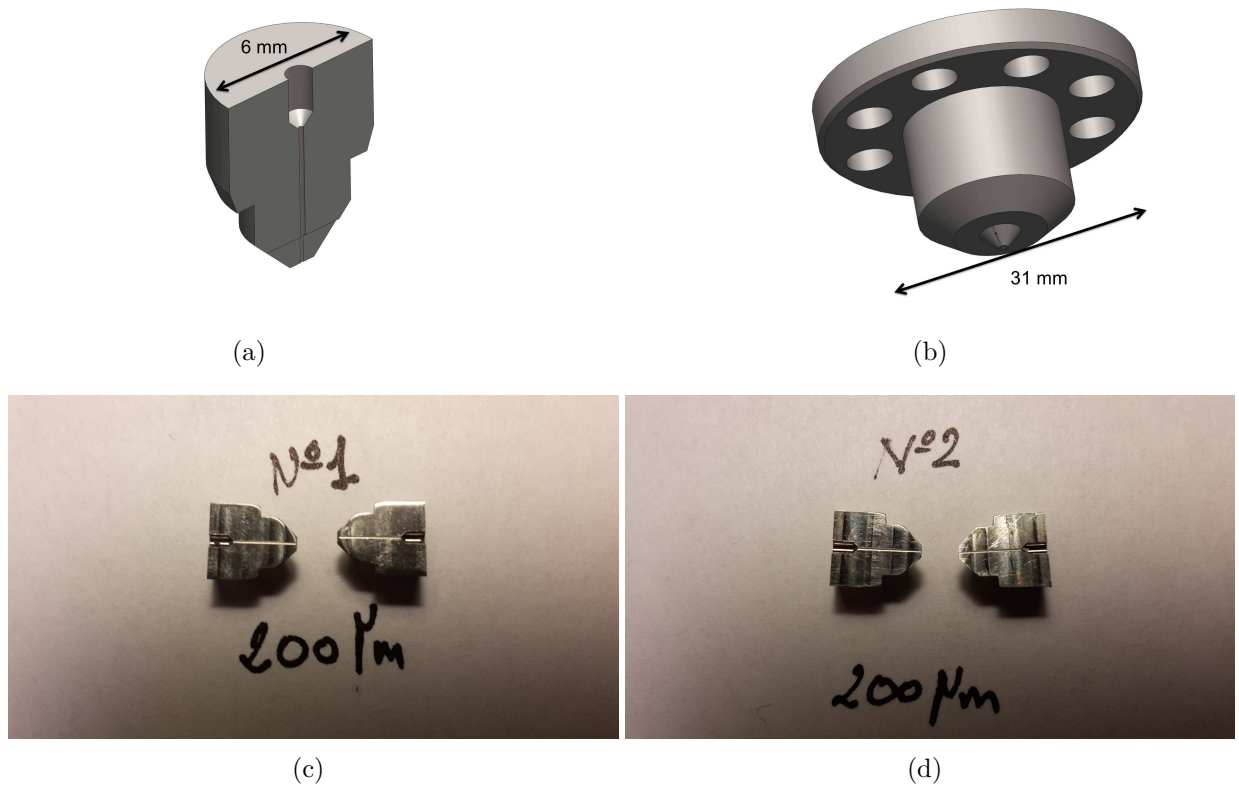


FIGURE 2.20 – (a) Vue 3D d'une demi-buse cylindrique. (b) Vue 3D des deux demi-buses cylindriques assemblées dans le corps de buse. (c) et (d) Photos de deux jeux de demi-buses cylindriques de 200 micromètres de diamètre final

La figure 2.21 montre les photos de la réalisation de deux ensembles de demi-buses rectangulaires. Les buses qui devaient avoir des largeurs de passages 10, 25, 50 et 100 μm ont été réalisées respectivement à 13, 19, 46 et 112 μm .

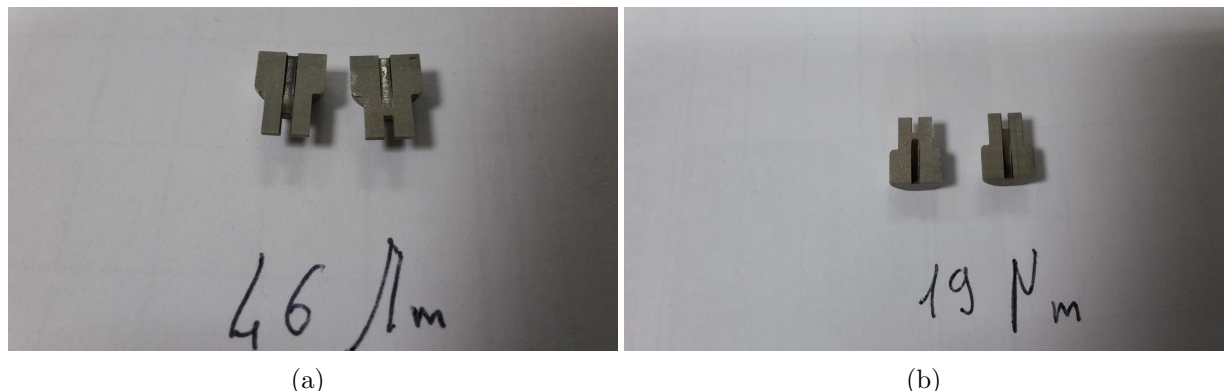


FIGURE 2.21 – Photos de deux jeux de demi-buses rectangulaires de section de passage de (a) $1 \times 0,046 \text{ mm}^2$ et (b) $1 \times 0,019 \text{ mm}^2$

2.2 Système de régulation

Ce projet a également permis le développement d'un nouveau système de contrôle de l'installation : la commande avancée. Elle a l'avantage d'assurer une régulation en prenant en compte plusieurs variables en parallèle, contrairement à une régulation classique avec un PID. Cela permet ainsi une meilleure optimisation de la régulation. De plus, ce type de contrôle peut également permettre une baisse de la consommation du système : à titre d'exemple, avec cette commande avancée une augmentation de température pourra être gérée à la fois par une baisse de débit d'hélium dans l'échangeur correspondant, ou une augmentation de puissance électrique apportée.

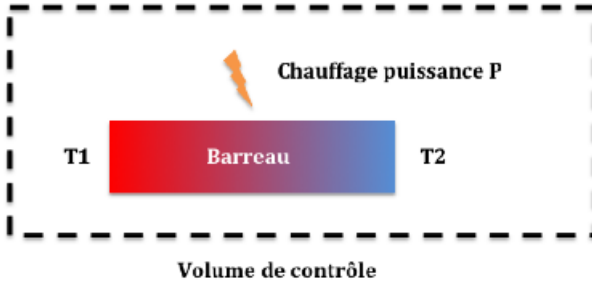
Compte tenu des différents actionneurs (débitmètres régulateurs et chauffages) et des dépendances d'un point de vue thermique entre ceux-ci, il est avantageux d'utiliser une telle commande dans le cadre des expériences d'extrusion de SOPHIE. Pour ce faire, il a fallu modéliser la cellule composée de ses actionneurs, définissant ainsi notre système. Nous souhaitons étudier la régulation en température, réalisée à l'aide de l'écoulement d'hélium dans les échangeurs. Pour cela nous nous sommes intéressés au gradient de température établi le long du système.

La modélisation de ce système d'un point de vue de l'automatisme s'est appuyée sur les équations physiques et les différentes interactions entre les grandeurs utilisées, avant de l'appliquer au système de commande multi-variables.

2.2.1 Description générale

2.2.1.1 Équations utilisées

Pour modéliser le système, nous allons nous baser sur les équations physiques qui le régissent. Ces équations permettent de représenter les variations de température au sein d'un matériau. L'équation de la chaleur appliquée à la conduction au travers d'un solide (loi de Fourier) s'écrit :



$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \Delta T + P_v \quad (2.3)$$

Avec ρ la masse volumique, C_p la capacité thermique, T la température, λ la conductivité thermique, Δ le laplacien et P_v la puissance source thermique volumique.

Cette première équation (2.3) va permettre de modéliser notre système. Pour cette modélisation, il est admis que la température varie spatialement dans une seule dimension, celle de la hauteur de la cellule. Ainsi, $T(x, y, z, t) = T(x, t)$ et $\Delta T = \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2}$. Ce qui simplifie l'équation (2.3) en :

$$\rho C_p \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = \lambda \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} + P_v \quad (2.4)$$

Pour commander le système, il est nécessaire que les équations ne dépendent que du temps. Ainsi le problème a été discrétisé spatialement de la façon suivante :

$$\rho C_p \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = \lambda \left(\frac{T(x + \delta x, t) - T(x, t)}{\delta x^2} + \frac{T(x - \delta x, t) - T(x, t)}{\delta x^2} \right) + P_v \quad (2.5)$$

avec δx très petit qui représente l'accroissement de longueur selon l'axe x . La discrétisation spatiale va avoir pour effet de mailler la pièce. Ainsi, chaque maille aura une température ne dépendant que du temps. La température sera prise au centre de la maille. Pour chaque maille, nous aurons aussi une capacité et conductivité thermique car elles dépendent de la température. La figure 2.22 présente une pièce possédant des

mailles de section S , de hauteur de maille e et de puissance volumique produite p . Cette hauteur e est utilisé pour représenter la discrétisation spatiale de l'accroissement δx , soit $e = \delta x$ Ainsi, en se ramenant au volume d'une maille et en centrant le problème,

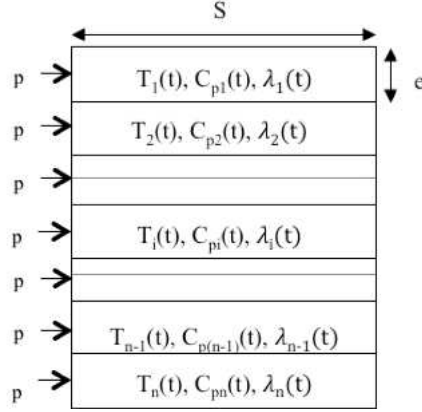


FIGURE 2.22 – Représentation d'une pièce pour un système de régulation

l'expression pour la maille i devient :

$$mCp_i(t) \frac{\partial T_i(t)}{\partial t} = e.S.\lambda_i(t) \cdot \frac{T_{i+1}(t) - T_i(t)}{e^2} + e.S.\lambda_i(t) \cdot \frac{T_{i-1}(t) - T_i(t)}{e^2} + e.S.P_v \quad (2.6)$$

avec m la masse en kg, et en prenant une conductivité moyenne sur les 2 mailles consécutives soit :

$$mCp_i(t) \frac{\partial T_i(t)}{\partial t} = \frac{T_{i+1}(t) - T_i(t)}{\frac{e}{S\lambda_i(t)}} + \frac{T_{i-1}(t) - T_i(t)}{\frac{e}{S\lambda_i(t)}} + P \quad (2.7)$$

Avec P la puissance apportée par le chauffage au niveau du volume maillé et évacuée par le débit d'hélium. Sur chaque pièce, des conditions limites supplémentaires sont appliquées. Ainsi nous avons :

- Des pertes, qui seront additionnées avec la puissance apportée par le chauffage
- La puissance échangée par un fluide calo-porteur (l'hélium dans notre cas). La puissance correspondante est : $P_{fluide} = hS_1(T_{fluide}(\dot{m}) - T_i(t))$ avec h le coefficient de convection, S_1 la surface d'échange et \dot{m} le débit massique

Les échangeurs thermiques sont dimensionnés de telle sorte qu'ils soient considérés comme parfaits. Ainsi la puissance précédente est également égale à la puissance extraite à la maille, soit $\dot{m}C_{pfluide}(T_{i-1}(\dot{m}) - T_i(t))$. T_{i-1} correspond à la température

d'entrée d'hélium, considérée égale à celle de la maille i-1, et $T_i(t)$ est la température de sortie d'hélium, considérée égale à celle de la maille i.

En combinant ces équations, cela donne l'équation suivante :

$$mC_{p_i}(t) \frac{\partial T_i(t)}{\partial t} = \frac{S\lambda_i(t)(T_{i+1}(t) + T_{i-1}(t) - 2T_i(t))}{e} + P_{tot_i} + \dot{m}C_{p_{fluide}}(T_{i-1}(\dot{m}) - T_i(t)) \quad (2.8)$$

Après division par mC_{p_i} , on peut écrire le système à l'aide d'une fonction f de la forme :

$$\dot{x} = f(x, u) \text{ avec } x = \begin{pmatrix} T_1 \\ \vdots \\ T_n \end{pmatrix} \text{ et } u = \begin{pmatrix} P \\ \dot{m} \end{pmatrix} \quad (2.9)$$

2.2.1.2 Modélisation du système complet

Afin de réguler le système par une commande avancée, il a fallu adopter une stratégie globale et adaptative. Ainsi, le système complet est composé de plusieurs pièces que l'on appellera blocs élémentaires. Selon leurs positionnements et leurs fonctions dans le modèle, leurs caractéristiques (géométriques, puissances de chauffage P apportée et débit de fluide \dot{m}) sont modifiables. Pour la réalisation d'un système complet, les différents blocs élémentaires sont assemblés entre eux. Un système de n pièces peut être créé, comme le montre la figure 2.23(a).

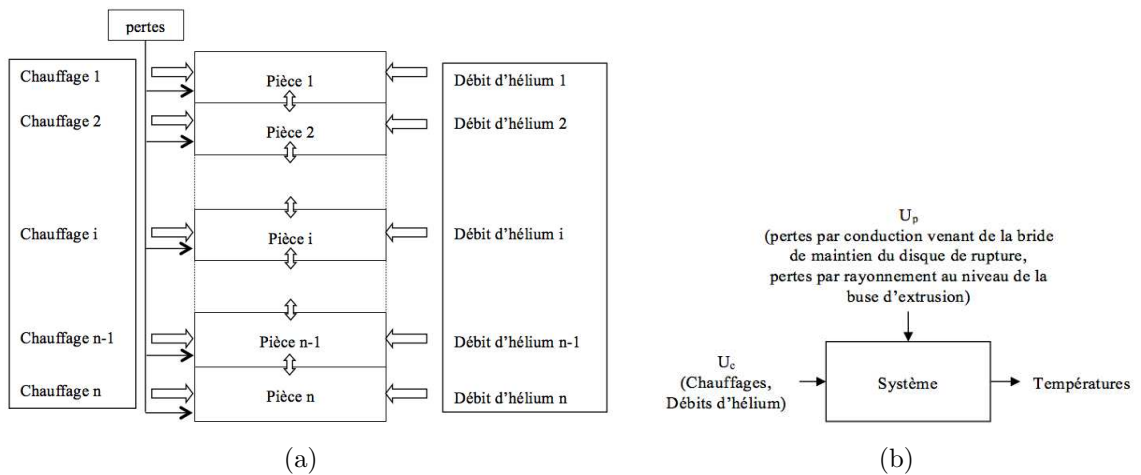


FIGURE 2.23 – (a) Représentation d'un système complet, composé de plusieurs pièces. (b) Schéma Entrées-Sorties d'un système, en vue de sa régulation par commande avancée

Ainsi les systèmes créés auront un vecteur de chauffage et un vecteur de débit d'hélium comme entrées commandables U_c et des pertes comme perturbation U_p . En sortie, l'information de température de chaque bloc élémentaire est récupérée. Celles-ci serviront à interconnecter tous les blocs.

2.2.2 Modélisation de SOPHIE

Les différents blocs élémentaires qui composent la cellule expérimentale SOPHIE ont été établis. L'assemblage complet est présenté sur la figure 2.24.

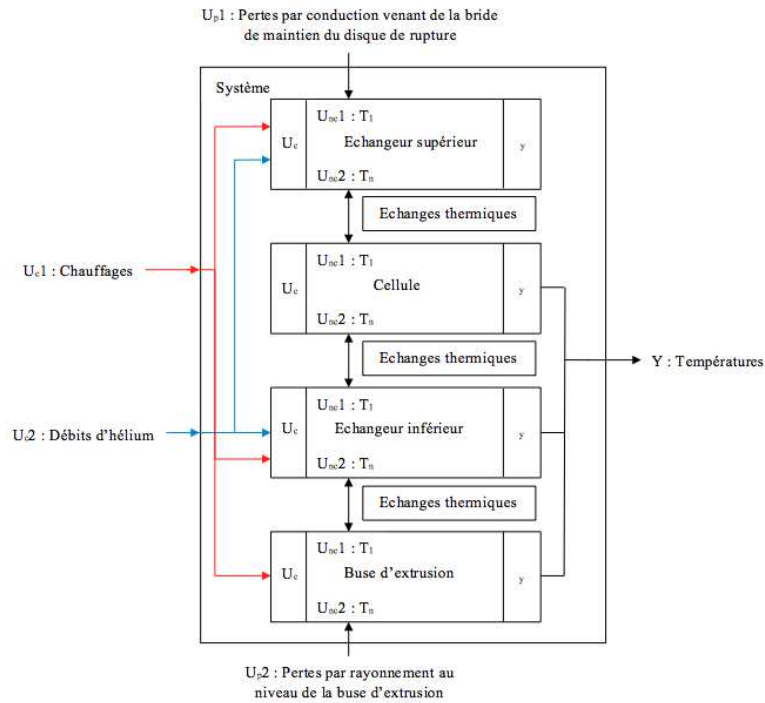


FIGURE 2.24 – Assemblage complet des éléments composants la cellule SOPHIE

Ce modèle a ensuite été validé par le service électronique du Service des Basses Températures, qui l'a utilisé pour établir la commande avancée du système en l'implémentant dans l'automate programmable de la baie électrique. La référence [32] présente un rapport détaillé de l'établissement de cette commande.

Suite à l'établissement de cette commande, une simulation numérique du comportement a été établie, au cours de laquelle le système a été perturbé en ajoutant une

puissance produite au niveau de la buse d'extrusion. Ce test correspond au moment où la glace commence à être extrudée. En effet, il y a un léger échauffement. La température au niveau de la buse d'extrusion est observée. La température désirée est obtenue avec une stabilité et un écart entre la consigne et la valeur mesurée de l'ordre du milli-Kelvin au bout de 4.7 s. La température est principalement régulée par les débits. Un facteur de pondération est utilisé permettant de favoriser le débit au chauffage pour des raisons énergétiques évidentes. La figure 2.25 montre la réponse du système à une perturbation en ayant fixé un débit constant.

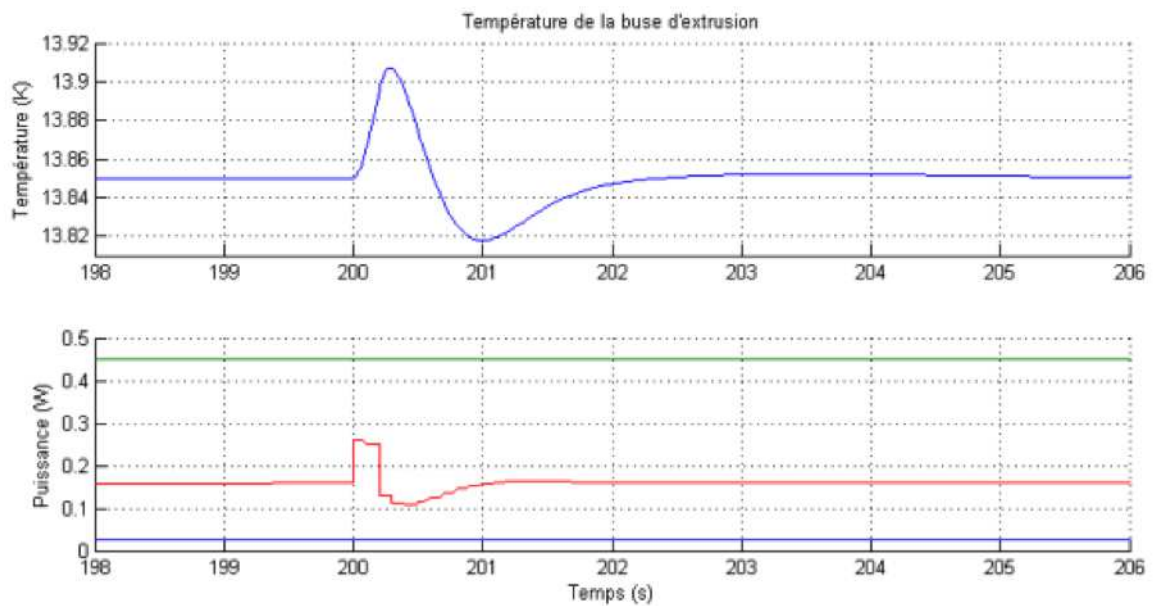


FIGURE 2.25 – Simulation du rejet de la perturbation avec un débit constant

En conclusion, cette commande améliorée permet de répondre à la demande en terme de régulation et peut être implémentée sur le système. La validation de celle-ci a débuté sur l'expérience ELISE à la fin de cette thèse et le comportement observé est proche de celui attendu.

2.3 Conclusion

Les dispositifs expérimentaux SOPHIE et ELISE ont été réalisés afin de valider le nouveau concept d'extrusion sans partie mobile, breveté par le CEA Grenoble.

Une étude mécanique et thermique a permis le dimensionnement de la cellule et du cryostat. Le comportement de l'hydrogène au sein de la cellule a également été étudié lors de la phase initiale de remplissage en hydrogène solide, et de celle d'extrusion. Ceux-ci sont en bon accord avec les résultats expérimentaux.

Le développement d'un nouveau système de contrôle de l'installation par commande avancée a également été réalisé. Celle-ci a l'avantage d'assurer une régulation multivariables, permettant ainsi une meilleure optimisation de la commande. De plus, ce type de contrôle peut également permettre une baisse de la consommation énergétique du système.

Chapitre 3

Résultats et Caractérisations

Sommaire

3.1	Caractérisations	80
3.1.1	Visualisation	80
3.1.1.1	Les caméras	80
3.1.1.2	Les objectifs	83
3.1.1.3	Le système d'éclairage	86
3.1.2	Mesure d'épaisseur	86
3.1.2.1	Description générale	86
3.1.2.2	Principe de la mesure	87
3.1.2.3	Mesure indirecte de l'épaisseur	94
3.1.3	Mesure de vitesse d'écoulement	96
3.1.3.1	Principe de la mesure	97
3.1.3.2	Mesure de débit	103
3.2	Résultats et discussions	104
3.2.1	SOPHIE	104
3.2.1.1	Buse cylindrique	104
3.2.1.2	Buse rectangulaire	108
3.2.2	ELISE	112
3.2.2.1	Buse rectangulaire	112
3.2.2.2	Limitation concernant la mesure de vitesse	113
3.3	Conclusion	116

3.1 Caractérisations

Ce chapitre est consacré à la caractérisation des rubans d'hydrogène solide. Les moyens de mesure de vitesse et d'épaisseur y sont présentés.

3.1.1 Visualisation

Les différents hublots des installations SOPHIE et ELISE permettent la visualisation directe des rubans d'hydrogène depuis l'extérieur des cryostats. Un système d'acquisition optique a été mis en place. Il est composé d'une source de lumière étendue, blanche et homogène (tableau de led) et d'une caméra CCD accouplée à un objectif pour la récupération des images. L'observation des extrusions s'effectue par transmission de lumière, c'est à dire en observant l'atténuation de la lumière au travers des films d'hydrogène. Les multiples hublots (12 pour SOPHIE et 4 pour ELISE) placés à 90 degrés permettent l'observation du ruban en vue de face et de profil. Dans le cadre de SOPHIE, les hublots dits à 300 K, 80 K et 20 K ont des diamètres respectifs de 150 mm, 50 mm et 32 mm. Le ruban est situé à une distance d'environ 20 cm du hublot à 300 K qui définit la limite entre l'intérieur du cryostat et l'environnement extérieur.

3.1.1.1 Les caméras

La caméra est placée à l'extérieur du cryostat, en face du système d'éclairage, de manière à recevoir les rayons lumineux issus de la source lumineuse, et passant autour et à travers la cible d'hydrogène, comme le montre la figure 3.1. Un objectif au grossissement adapté est ajouté pour que la partie de la lumière atténuée, voire complètement absorbée ou réfléchiée par le ruban, corresponde à une surface suffisamment importante du capteur CCD. Les trois caméras utilisées sont présentées ci-après.

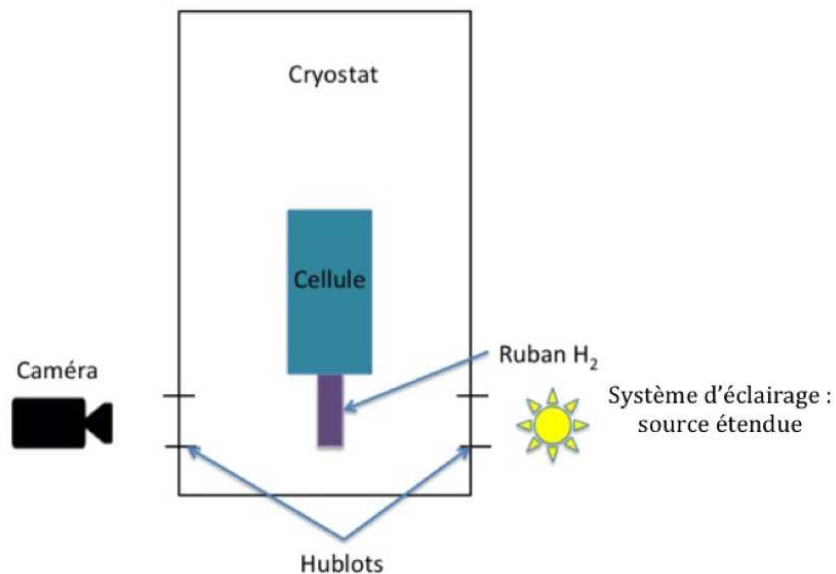


FIGURE 3.1 – Schéma du système de visualisation des rubans d'hydrogène solide en configuration ELISE

La caméra numérique haute résolution

Le système est composé d'une caméra CCD numérique haute résolution monochrome (AVT Pike F100B Fiber), d'un objectif et d'un ordinateur de contrôle.

Toute la chaîne d'acquisition est numérique : les séquences d'images sont enregistrées au format jpeg ou bmp sur l'ordinateur.

Cette caméra 2/3", présentée sur la figure 3.2, possède une résolution de 1000x1000, des capteurs CCD de $7,4 \times 7,4 \mu\text{m}^2$, et sa fréquence d'acquisition est limitée à 60 images/s (pour sa résolution maximale). Elle dispose d'une monture C. Le temps d'exposition est réglable de $43 \mu\text{s}$ à 67 s. Les taux de transfert varient de 100 à 800 Mbits/s, en fonction de la connectique utilisée (firewire IEEE 1394 ou fibre optique). Les images sont classiquement enregistrées sur 8 bits, mais peuvent l'être jusqu'à 16 bits. Notre utilisation s'est cantonnée à 15 images par secondes, ce qui permet une acquisition en continu.



FIGURE 3.2 – Camera Pike haute résolution avec son objectif pentax 200 mm

Les caméras rapides

Comme nous le verrons dans la prochaine section, lors de l'utilisation des buses cylindriques de $140\ \mu\text{m}$ de diamètre, les vitesses mises en jeux étaient trop importantes pour être mesurées par le système d'acquisition de la caméra Pike. Cette limite n'impacte cependant pas la mesure d'épaisseur, qui peut être réalisée en faisant des captures rapides avec un temps d'exposition faible. Deux types de caméras rapides ont alors été utilisées pour compenser ce manque de vitesse d'acquisition :

- Une caméra rapide Photron Fastcam SA5, ayant une fréquence d'acquisition de 7 500 i/s à une résolution de 1000×1000 . Les pixels du capteur CCD mesurent $20 \times 20\ \mu\text{m}^2$ et le temps d'exposition peut varier de 16,7 ms à $1\ \mu\text{s}$. Les images sont enregistrées sur 12 bits.
- Une caméra rapide Point Grey USB Grasshopper, d'une fréquence d'acquisition maximale de 160 i/s.

De même que pour la caméra Pike, le système de visualisation est composé de la caméra et son objectif et d'un ordinateur de contrôle.

La résolution de la caméra Point grey est de 1920×1200 et ses capteurs CCD mesurent $5,86 \times 5,86\ \mu\text{m}^2$. La caméra peut enregistrer une séquence d'images soit en mémoire tampon, soit directement sur le disque dur de l'ordinateur, en fonction de la durée

d'acquisition souhaitée. Une résolution d'enregistrement réduite (par exemple 640x512, centrée sur la zone désirée) permet de multiplier par 7 le temps d'enregistrement pour une même fréquence d'acquisition. Le transfert vers l'ordinateur est réalisé par une liaison USB 3. La figure 3.3 présente une photo de cette caméra point grey. Cette caméra qui a une fréquence d'acquisition qui reste réduite a quand même l'avantage du coût et de la taille. La modeste taille de son capteur (1/1,2") permet d'avoir un facteur de grossissement assez important avec un objectif macro classique. En effet, la fréquence d'acquisition étant peu élevée, les pixels peuvent être plus petits tout en accumulant assez de photons.



FIGURE 3.3 – Camera rapide Point Grey Grasshopper haute résolution avec son objectif pentax 200 mm

3.1.1.2 Les objectifs

Trois objectifs ont été utilisés. Ceux-ci ont tous des distances de travail supérieures à 20 cm, ce qui correspond à la distance entre le centre du cryostat et son hublot extérieur :

- Un objectif pentax avec une focale de 200 mm, pouvant être couplé à un doubleur de focale. Celui-ci a une distance de travail minimale de 1,2 m, une ouverture de diaphragme de $D=2,8$, correspondant à une ouverture numérique NA d'environ 0,007 et un agrandissement de 0,2. La relation utilisée liant l'ouverture du dia-

phragme et l'ouverture numérique est $NA = \frac{nD}{2f}$, avec NA l'ouverture numérique et f la focale. l'observation se fait dans l'air, donc l'indice de réfraction est pris égal à 1. Sa profondeur de champ est de l'ordre de 10 mm, tandis que sa résolution est d'environ 47 μm .

- un objectif sigma 600 mm f8 mirror avec une focale de 150 à 600 mm, pouvant être couplé à un doubleur de focale. Celui-ci a une distance de travail minimum de 2 m, une ouverture de diaphragme de 8,0 et un agrandissement de 1/3. Cela correspond à une ouverture numérique de 0,026 pour une focale de 150 mm et de 0,0066 pour une focale de 600 mm. Sa profondeur de champ varie de 0,7 mm à 11 mm et sa résolution d'environ 13 à 50 μm .
- Un objectif Questar QM100. Il a une distance de travail allant de 10 à 35 cm, pour une ouverture numérique respectivement de 0,185 à 0,084, une profondeur de champ respectivement de 77 à 16 μm , et un agrandissement allant de 3,43 à 8,13.

La résolution est calculée pour une longueur d'onde dans le vert, à l'aide de la relation $Resolution[\mu\text{m}] = \frac{0,333}{NA}$ et la profondeur de champ : $PDC[\mu\text{m}] = \frac{0,546}{NA^2}$. Les deux tableaux ci-après résument des caractéristiques principales des caméras et objectifs utilisés :

Caméra	AVT Pike 100B	PointGrey USB Grasshopper	FastCam Photron SA5
Fréquence maximale d'acquisition (i/s)	60	160	7 500
surface d'un pixel (μm^2)	7,4x7,4	5,86x5,86	20x20
taille capteur	2/3"	1/1,2"	3/2"
temps d'exposition	de 4,3 μs à 67s	de 5 μs à 3,2s	de 1 μs à 16,7 ms
profondeur	8 bits	10 ou 12 bits	12 bits
Résolution	1000x1000	1920x1200	1024x1024

Objectif	Pentax 200 mm	Sigma f8 mirror 600 mm	Questar QM100
Champ de vision (mm^2)	200x120	de 5x5 à 200x200	de 3x3 à 2x2
Ouverture numérique	0,007 à 1,2 m	de 0,026 à 0,0066	de 0,185 à 0,084
Distance de travail minimale	1,2 m	1,5 m	de 35 à 10 cm
Résolution	47 μm à 1,2 m	de 13 à 50 μm	de 3,92 μm à 1,78 μm
Taille du diaphragme	2,8	8	de 6 à 3,5
Agrandissement	0,2 à 1,2 m	1/3 à 1,5 m	de 3,43 à 8,13
profondeur de champ	10 mm	de 0,7 à 11 mm	de 77 à 16 μm

On voit ici que la meilleure résolution possible est de l'ordre de 2 μm et qu'il paraît donc difficile d'utiliser un tel système pour mesurer avec précision des épaisseurs de ruban de 10 μm . En revanche, à partir de 100 μm , l'incertitude devient raisonnable. Le tableau ci-dessous présente quant à lui les résolutions maximales théoriques attendues sur les images, en μm /pixel, avec la combinaison de ces objectifs et caméras. Le pouvoir de résolution de l'objectif est un facteur limitant, non pris en compte dans ce tableau.

Résolution maximale* (en μm /pixel)	AVT Pike F100B	PointGrey USB Grasshopper	Photron FastCam SA5
Pentax 200 mm	37	29,15	100
Questar QM100	de 0,91 à 2,16	de 0,72 à 1,7	de 2,46 à 5,83
Sigma f8 mirror 600 mm	22,2	17,49	60

Compte tenu des dimensions mises en jeu, pour une mesure de vitesse en vue de face, on privilégiera donc l'objectif Pentax 200 mm avec une caméra Pike ou PointGrey, tandis que pour les mesures d'épaisseur, on privilégiera l'utilisation du Questar QM100 avec cette même caméra, compte tenu de son fort agrandissement et du champ de vision obtenu. Lorsque la vitesse de défilement deviendra trop importante vis à vis de la fréquence d'acquisition de la caméra, la caméra Photron Fastcam SA5 est utilisée.

3.1.1.3 Le système d'éclairage

Le système d'éclairage se compose d'un panneau de led phlox SLLUB et de son système de commande, présentés sur la figure 3.4. Il permet d'avoir une image dont



(a)



(b)

FIGURE 3.4 – (a) Panneau de led (b) Système d'alimentation et de commande du panneau de led

le fond est homogène suite à une calibration réalisée en usine, avec une homogénéité supérieure à 95 %.

L'intensité lumineuse est réglée grâce au panneau de contrôle présenté en figure 3.4(b), qui permet d'atteindre une luminance de $60\,000\text{ cd.m}^{-2}$.

3.1.2 Mesure d'épaisseur

3.1.2.1 Description générale

L'hydrogène est extrudé dans un environnement sous vide, ce qui le rend difficilement accessible aux moyens de mesure conventionnels. De plus, la faible chaleur latente de l'hydrogène solide rend tout contact (non thermalisé) destructif.

Ainsi, seule une mesure d'épaisseur à distance est réalisable. Compte tenu des éléments précédemment décrits et à notre disposition dans le laboratoire, l'épaisseur du ruban est déduite à l'aide d'un système d'analyse des images.

La figure 3.5 présente un ruban d'hydrogène vu de profil.

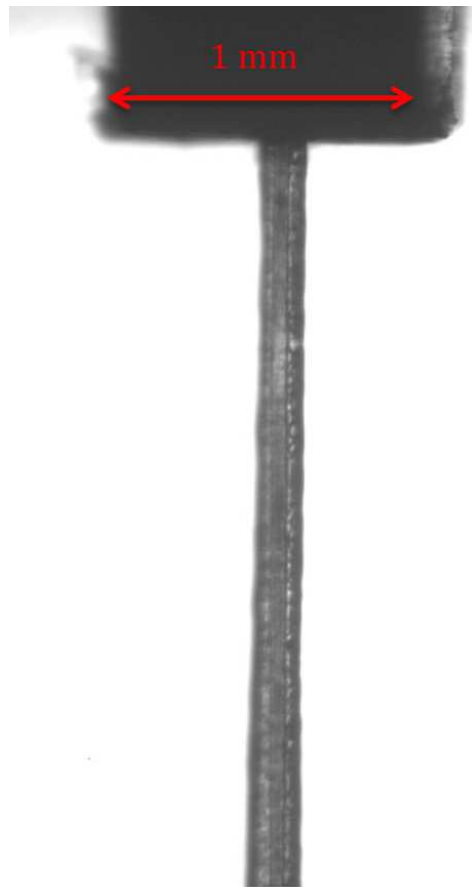


FIGURE 3.5 – Photo de profil d'un ruban d'hydrogène de 1 mm x 100 μm , obtenue avec la caméra Photron Fastcam SA5 et l'objectif QUESTAR QM100. L'échelle est de 3,8 $\mu\text{m}/\text{pixel}$. Le ruban est extrudé à 130 bar et la buse est à 12 K.

3.1.2.2 Principe de la mesure

Une image monochrome est constituée d'un ensemble de pixels qui sont définis par un couple de coordonnées (x,y), et par leurs niveaux de gris.

C'est en analysant la répartition de ces niveaux de gris sur l'image que l'épaisseur est déduite. Pour cela plusieurs étapes sont nécessaires :

- Lecture de l'image
- Calibration de l'échelle
- Définition de la région de travail
- Analyse des niveaux de gris dans cette région
- Calcul de l'épaisseur

Un algorithme de mesure d'épaisseur basé sur ces différentes étapes a été développé sous le logiciel de calcul open-source Octave.

Lecture de l'image

L'image est lue à l'aide de la fonction "imread". Afin de convertir les distances exprimés en pixels en millimètre, il est nécessaire d'indiquer une échelle sur l'image. Pour cela, l'utilisateur pointe avec la souris les deux extrémités de la buse vue de profil, dont la distance réelle vaut 1 mm. A titre d'exemple, sur la figure 3.5, l'échelle est de $3,8 \mu\text{m}/\text{pixel}$. De plus, on peut voir sur les figures 3.5 et 3.6(a) une zone plus éclairée sur la droite de la buse. Cela correspond au défaut d'alignement de la caméra par rapport à la buse. En effet, comme la buse est rectangulaire et que l'image est obtenue par transmission de lumière, si la caméra n'est pas positionnée exactement suivant la perpendiculaire à la face (opaque) de la buse observée, l'ombre de l'autre face sera projetée sur le plan focal.

Les rayons lumineux provenant de la source étendue par le coté de la buse viennent éclairer cette zone. Ce phénomène permet d'identifier le défaut d'alignement. Ainsi en connaissant les dimensions réelles de la buse et du projeté de cette zone, si on utilise des outils trigonométriques il est possible de remonter à l'angle à l'origine de ce défaut, et par conséquent de corriger les mesures effectuées sur l'épaisseur du ruban en le prenant en compte. Pour cela, sur la figure 3.6(b) on définit l'angle α tel que $\cos(\alpha) = \frac{a}{d_{buse}}$, a étant le projeté de la distance réelle d_{buse} de la buse (4 mm) suivant l'axe horizontal. Le ruban vu de face mesure 1 mm. Ainsi, connaissant cette distance réelle ainsi que le défaut d'alignement, on calcule de la même manière le projeté de ce ruban, $b = \cos(\alpha) * d_{ruban}$ correspondant à la correction appliquée due au défaut d'alignement, et qui sera retranché au résultat obtenu à l'aide de l'algorithme de mesure. Il est de l'ordre de $26 \mu\text{m}$. Le rendu des couleurs sur la figure 3.6 permet à l'utilisateur d'identifier plus facilement les contours des bords à pointer.

Les lignes pointillées blanches verticales présentes au sein du ruban sur la figure 3.5 correspondent certainement à une fusion locale du ruban sur les guides d'une longueur de 2 mm, avant sa sortie de la buse. Ces "bandes" sont également présentes en vue de face, comme le montrera la figure 3.12 en page 96.

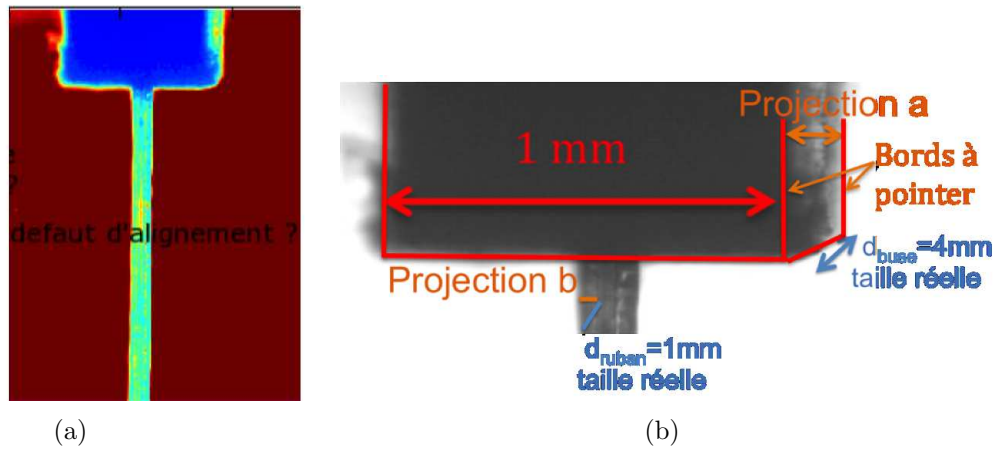


FIGURE 3.6 – (a) Pointage par l'utilisateur des extrémités de la buse de 1 mm, vue de profil et de la zone de défaut d'alignement. (b) zoom permettant la recherche de l'angle du défaut d'alignement.

Définition de la région de travail

Afin de limiter les temps de calcul, l'utilisateur peut définir une zone de travail centrée autour du ruban à analyser. C'est dans cette zone que l'algorithme va relever les différents niveaux de gris et les analyser. Ainsi, au sein de cette zone et en se plaçant dans un système de coordonnées (x,y) de l'image, il sera possible :

- de connaître pour une hauteur y de l'image, les niveaux de gris selon l'axe x
- de calculer les épaisseurs de ruban pour différentes hauteurs y.

Analyse des niveaux de gris dans la région de travail

Pour une position y fixée, le niveau de gris de chaque pixel selon l'axe x est analysé. Celui du fond de l'image est soustrait à chaque pixel. La valeur absolue du résultat est ensuite affichée, ainsi que les valeurs des gradients issus de cette courbe. La figure 3.7 présente un exemple de courbe obtenue.

Calcul de l'épaisseur

La zone sombre de la figure 3.5 se situant sous la buse correspond au ruban extrudé.

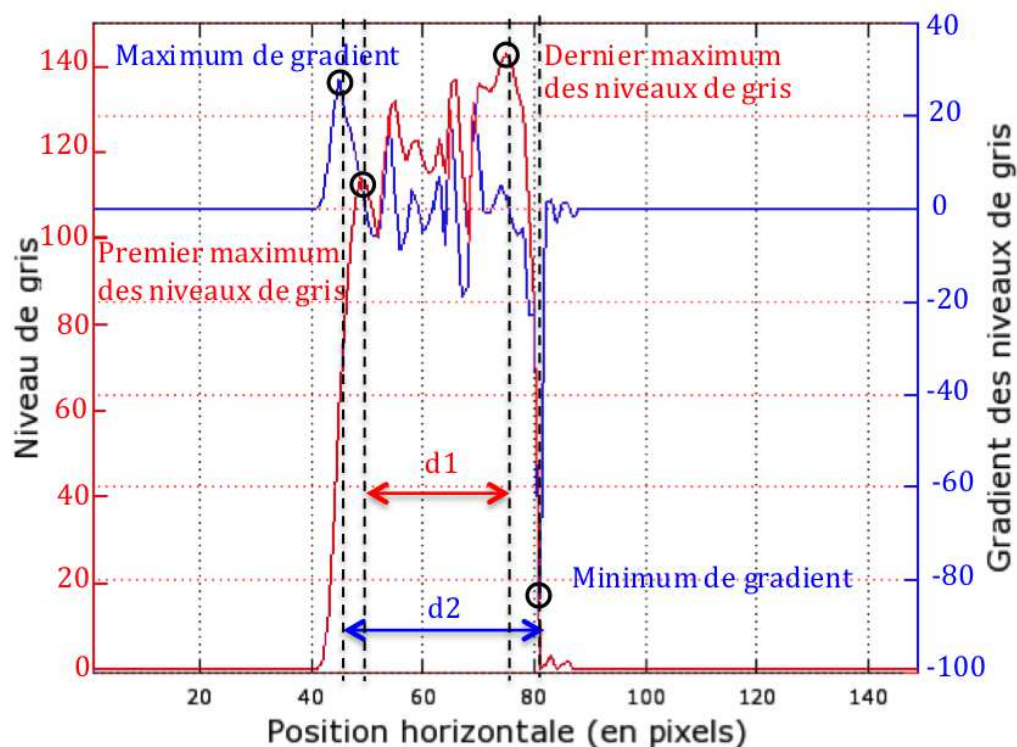


FIGURE 3.7 – Courbe rouge : niveau de gris traité en fonction de la position x , en pixels, pour une position $y=223$ px fixée. Le niveau de gris du fond de l'image est soustrait à chaque pixel. La valeur absolue du résultat est ensuite affichée. Courbe bleue : gradient des niveaux de gris de la courbe précédente. La distance $d1$ correspond à la mesure réalisée par la méthode des maximums, tandis que la distance $d2$ est celle obtenue avec la méthode des gradients.

Il est donc nécessaire de mesurer sa largeur, en pixel, puis de la convertir en millimètres grâce à l'échelle définie précédemment.

A partir de l'analyse de la figure 3.7, deux méthodes pour remonter à cette épaisseur ont été utilisées.

- La méthode des maximums. Elle consiste à référencer tous les maximums locaux des niveaux de gris et à en repérer le premier et le dernier. La distance entre ces deux maximums donne une mesure de l'épaisseur (en pixels), qu'il faut ensuite convertir en millimètres.
- La méthode des gradients. Elle consiste à tracer la courbe de la dérivée numérique des niveaux de gris en fonction de la position x , puis d'en repérer respectivement les maximums et minimums correspondants au passage du fond de l'image à la

tranche du ruban, et du ruban au fond de l'image. La distance entre ces deux extrêmes donne une autre mesure de l'épaisseur (en pixel), qu'il faut ensuite convertir en millimètres.

Sur la figure 3.7, les maximums sont clairement identifiables.

La méthode des gradients, quant à elle permet d'identifier la zone de changement maximum de la pente de la courbe de ces niveaux de gris.

Pour chaque position y , les deux méthodes sont utilisées. La correction due au défaut d'alignement est appliquée sur chaque mesure. Ce calcul est valable pour une hauteur y et une image donnée. La figure 3.8 présente le résultat d'une mesure par ces deux méthodes lors d'un écoulement avec une pression de poussée de 130 bar, une buse à 12 K, et une vitesse moyenne du ruban de l'ordre de 3 mm/s.

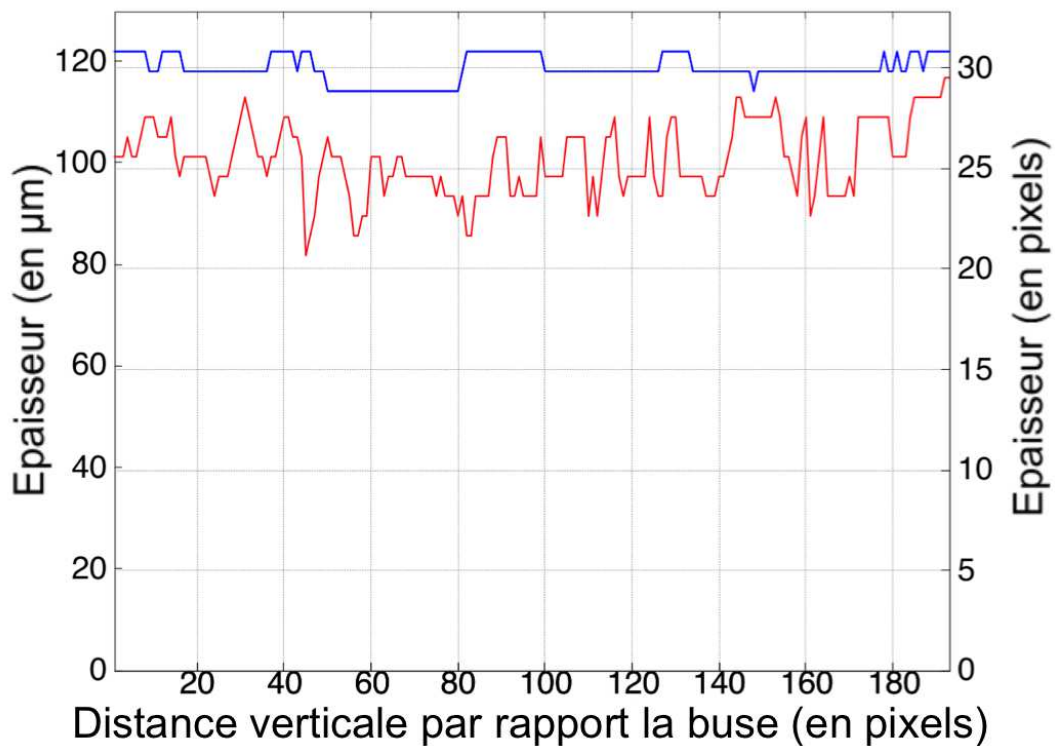


FIGURE 3.8 – Courbe bleue : mesure de l'épaisseur en fonction de la position verticale y de la zone de travail par la méthode des gradients. La moyenne obtenue est de $118,5 \mu\text{m}$, et l'écart type est de $2,6 \mu\text{m}$ (soit $0,67 \text{ px}$). Courbe rouge : mesure de l'épaisseur en fonction de la position verticale y de la zone de travail par la méthode des maximums. La moyenne obtenue est de $100,66 \mu\text{m}$, et l'écart type est de $7 \mu\text{m}$ (soit $1,8 \text{ px}$).

Le signal obtenu par ces mesures est bruité. Rappelons que sur l'image d'origine, de laquelle les figures présentées sont issues, l'échelle est de $3,8 \mu\text{m}/\text{pixel}$ et que la résolution optique est de l'ordre de $2 \mu\text{m}$. Ainsi, les écarts types observés (de $2,6$ et $7 \mu\text{m}$) correspondent à environ 1 ou 2 pixels.

On peut observer sur cette figure 3.8 qu'en se déplaçant verticalement vers le bas de l'image, l'épaisseur n'a pas tendance à diminuer, contrairement à ce que l'on pouvait supposer, compte tenu de la sublimation du ruban due au rayonnement thermique environnant. Celle-ci n'est pas quantifiable de manière simple.

L'explication de cette dernière observation semble venir du fait qu'à partir d'une certaine hauteur le ruban est trop éloigné de son guide et peut avoir tendance à tourner légèrement sur lui même, augmentant ainsi la zone d'ombre captée par la caméra. Ainsi, la mesure la plus précise est réalisée proche du guide, directement à la sortie de la buse. Il est donc important que l'utilisateur définisse avec précaution la zone de travail. Cette observation est d'autant plus visible sur la figure 3.9, qui présente une moyenne des mesures effectuées pour chaque position verticale (réalisée sur 413 images consécutives).

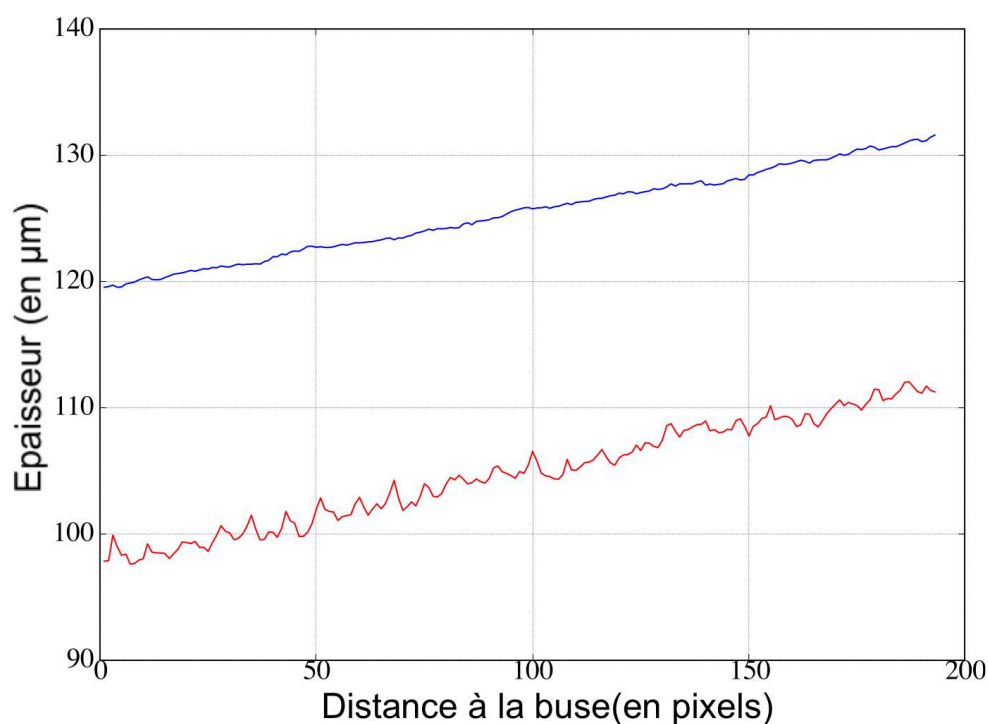


FIGURE 3.9 – Moyenne des mesures réalisées par la méthode des gradients sur 413 images consécutives en fonction de la position verticale y par la méthode des gradients (courbe bleue) et celle des maximums (courbe rouge).

Quelle que soit la méthode utilisée, on peut observer cette augmentation de section apparente à mesure que l'on se déplace verticalement vers le bas.

Il est intéressant d'observer l'évolution de l'épaisseur en fonction du temps à une distance donnée de la sortie de la buse. Pour cela, on réalise les mesures présentées en figure 3.8 sur un nombre défini d'images consécutives. La moyenne des épaisseurs obtenues pour chaque image et chaque méthode est présentée sur la figure 3.10

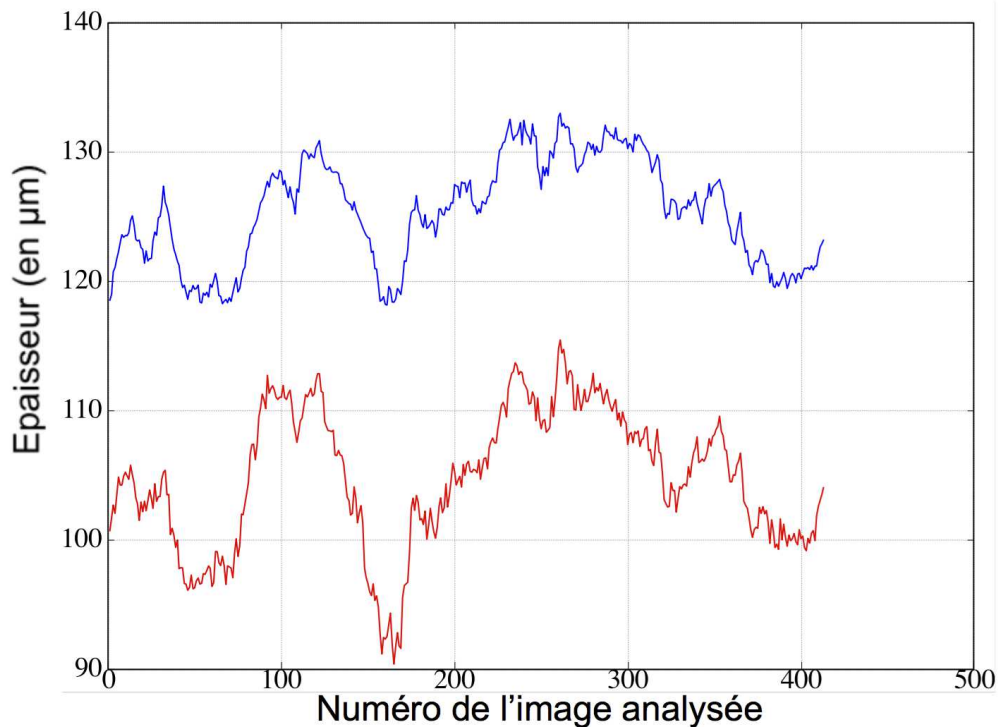


FIGURE 3.10 – Moyenne des mesures réalisées sur l'ensemble des 200 positions verticales, en fonction du numéro de l'image analysée par la méthode des gradients (courbe bleue : moyenne : $125,4 \mu\text{m}$ et écart type $4,06 \mu\text{m}$) et celle des maximums (courbe rouge : moyenne : $104,76 \mu\text{m}$ et écart type $5,2 \mu\text{m}$) La fréquence d'acquisition est de 100 images/s et le ruban défile à une vitesse d'environ 3 mm/s.

L'écart type obtenu pour chaque méthode est de l'ordre de 1,5 pixels, soit $6 \mu\text{m}$ environ. La mesure retenue sera la moyenne des valeurs moyennes calculées par chacune des deux méthodes dans la région concernée. Ainsi, pour l'exemple présenté, correspondant à une buse d'extrusion dont l'orifice a été préalablement mesuré à $120 \mu\text{m}$, l'épaisseur mesurée du ruban est de $115 \mu\text{m}$, soit un écart d'environ 4 %. Puisque la valeur mesurée est inférieure à la taille de l'orifice, il est également possible qu'un petit film liquide ou une pellicule de glace moins dure soit resté en paroi. Ainsi cet écart

pourrait être physique.

En considérant qu'il n'y a pas de réelles variations d'épaisseur au cours du temps, cet écart type pourrait probablement être réduit, soit en utilisant une image initiale d'une meilleure résolution spatiale, soit en utilisant un objectif avec un meilleur agrandissement, soit une caméra avec des capteurs plus petits, soit en ayant un meilleur alignement.

Compte tenu de transparence du ruban, il serait également envisageable d'effectuer une mesure d'épaisseur par une technique d'interférométrie.

3.1.2.3 Mesure indirecte de l'épaisseur

La relation $M = V_{cell} \frac{\int_{T_1}^{T_2} \rho_{H_2}(T) \lambda_{inox}(T) dT}{\int_{T_1}^{T_2} \lambda_{inox}(T) dT}$, exprimée par l'équation 2.2, présentée en page 64, combinée à l'évolution temporelle de la température de l'échangeur supérieur $T_2(t)$, permet de calculer la masse dans la cellule à chaque instant, et donc le débit massique sortant de la cellule. Ce débit massique $\frac{dM}{dt}$ correspond au produit de la section droite du ruban, de sa vitesse (verticale), et de sa masse volumique. En appliquant l'algorithme présenté dans la section précédente, les mesures de la largeur du ruban en vue de face indiquent que celle-ci varie de 0,98 à 1 mm, pour une buse d'une largeur de 1 mm. Les moyens optiques à notre disposition pour cette mesure permettent une résolution de 40 $\mu\text{m}/\text{px}$. Ainsi, en considérant le ruban sort sur toute la largeur L de la buse et que la vitesse d'écoulement du ruban est constante au cours du temps, il est possible de calculer l'épaisseur du ruban en sortie de buse.

$$e = \frac{\frac{dm}{dt}}{\rho_{H_2} v_{H_2} L}$$

Le bilan de matière réalisé dans la cellule au cours du temps dépend des hypothèses initiales utilisées. Sur la figure 3.11, les épaisseurs sont calculés en considérant que le profil de température imposé à la paroi est strictement identique à celui dans l'hydrogène, ce qui implique que l'on ait des isothermes horizontales. Cette méthode, permet de s'affranchir des contraintes relatives à la résolution spatiale obtenue à l'aide des moyens optiques. En effet, lorsque le ruban aura une épaisseur inférieure ou égale à 10 μm , compte tenu de la résolution maximale à notre disposition, présentée en page 85 (1,78 $\mu\text{m}/\text{px}$), cette méthode ne sera plus acceptable, puisque l'erreur de mesure sur un seul pixel représentera alors $\sim 18\%$ du résultat final.

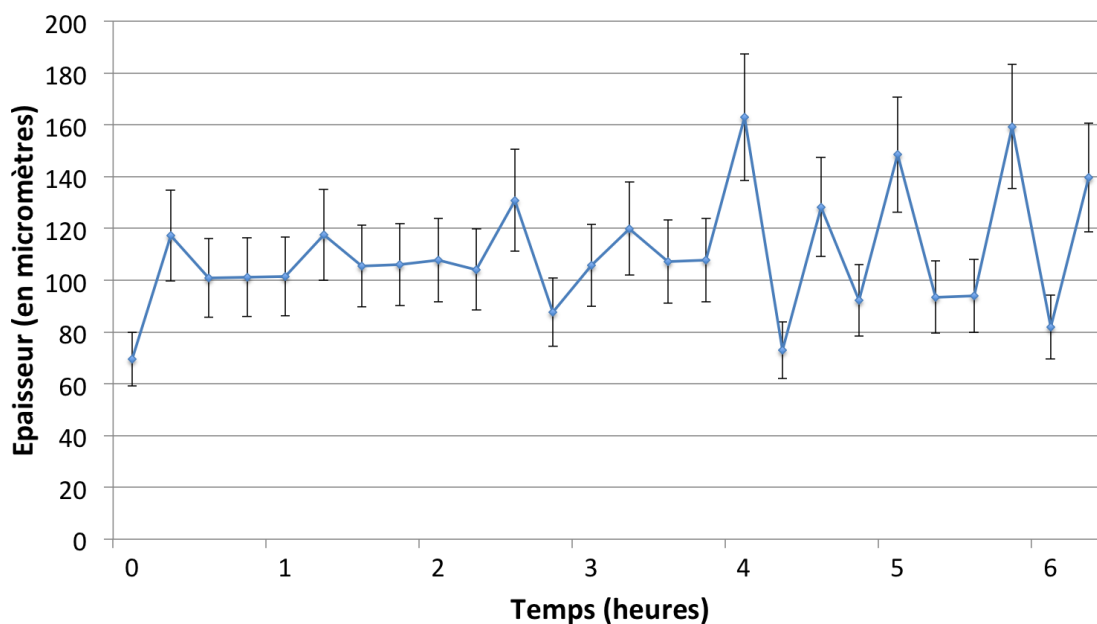


FIGURE 3.11 – Evolution de l'épaisseur au cours du temps calculée à partir du débit masse résultant de l'évolution $T_2(t)$ présentée en figure 2.14 pour une vitesse de 2,5 mm/s, une largeur de ruban de 1 mm. Les mesures expérimentales sont présentées en annexe E.1

Il est cependant également important de noter que les résultats obtenus par cette méthode cumulent également les barres d'erreurs relatives aux mesures de vitesse (de l'ordre de 13 %), de largeur de ruban (~ 2 %), de mesure de température T_2 (relative au débit masse) et de l'estimation de la masse volumique de l'hydrogène à la température T_1 considérée. Ces deux derniers paramètres sont supposés connus avec assez de précision pour en négliger les barres d'erreurs.

3.1.3 Mesure de vitesse d'écoulement

De même que pour la mesure d'épaisseur, il n'est pas envisageable d'utiliser une méthode par contact pour mesurer la vitesse d'écoulement du ruban. Il a donc été également décidé de réaliser cette mesure via un système d'analyse des images collectées. Ce dispositif a, par la suite, été également corrélé à une mesure de débit de pompage. La figure 3.12 présente deux rubans d'hydrogène solide vus de face. Cette fois la lumière est absorbée par l'épaisseur du film uniquement. Comme cette dernière est très faible, le film n'apparaît plus noir mais seulement un peu plus sombre, à l'exception des contours. Ceux-ci apparaissent noirs à cause de la diffraction.

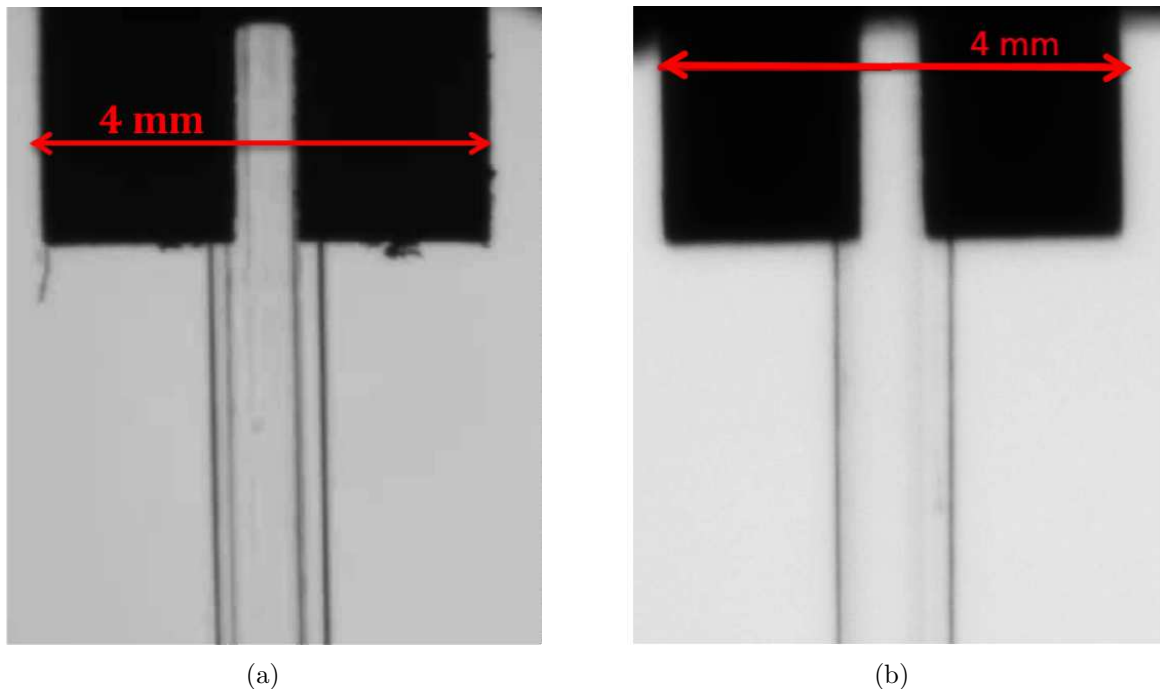


FIGURE 3.12 – (a) Ruban avec des défauts visibles. (b) Ruban avec très peu de défauts visibles. Photos prises avec l'objectif Pentax 200mm et la caméra PIKE, à une distance de travail de 1,2 m et avec une résolution de $45 \mu\text{m}$.

3.1.3.1 Principe de la mesure

La mesure est basée sur le principe d'un suivi de particules. Un même motif présent à l'intérieur du film est recherché sur deux images successives. Il est alors possible de calculer la distance parcourue par ce motif entre ces deux images. En connaissant la vitesse d'acquisition de la caméra, on en déduit le temps qu'il a fallu pour parcourir cette distance. Connaissant ces deux données, on peut ainsi calculer la vitesse du ruban. Pour cela plusieurs étapes sont nécessaires :

- Lecture des images
- Définition de l'échelle
- Définition de la zone de travail
- Mesure du déplacement
- Calcul de la vitesse

Lecture des images

Le programme réalise ces mesures de vitesses en prenant en compte un nombre N d'images, choisi par l'utilisateur, correspondants à la durée sur laquelle il souhaite analyser la vitesse du ruban.

Définition de l'échelle

L'échelle est définie de la même façon que celle réalisée dans le cadre de la mesure d'épaisseur. L'utilisateur pointe les bords de la buse en vue de face. La connaissance de la côte réelle de celle-ci (4mm), permet de remonter à la résolution de l'image.

Définition de la zone de travail

De même que pour la mesure d'épaisseur, il est nécessaire de définir une échelle et une région de travail.

Mesure du déplacement

Cette mesure est réalisée par une analyse d'inter-corrélation d'images. Ce concept vise à établir le "taux de ressemblance" entre deux images. Il est présenté sur la figure 3.13, utilisant un signal uni-dimensionnel. La définition mathématique de ce concept,

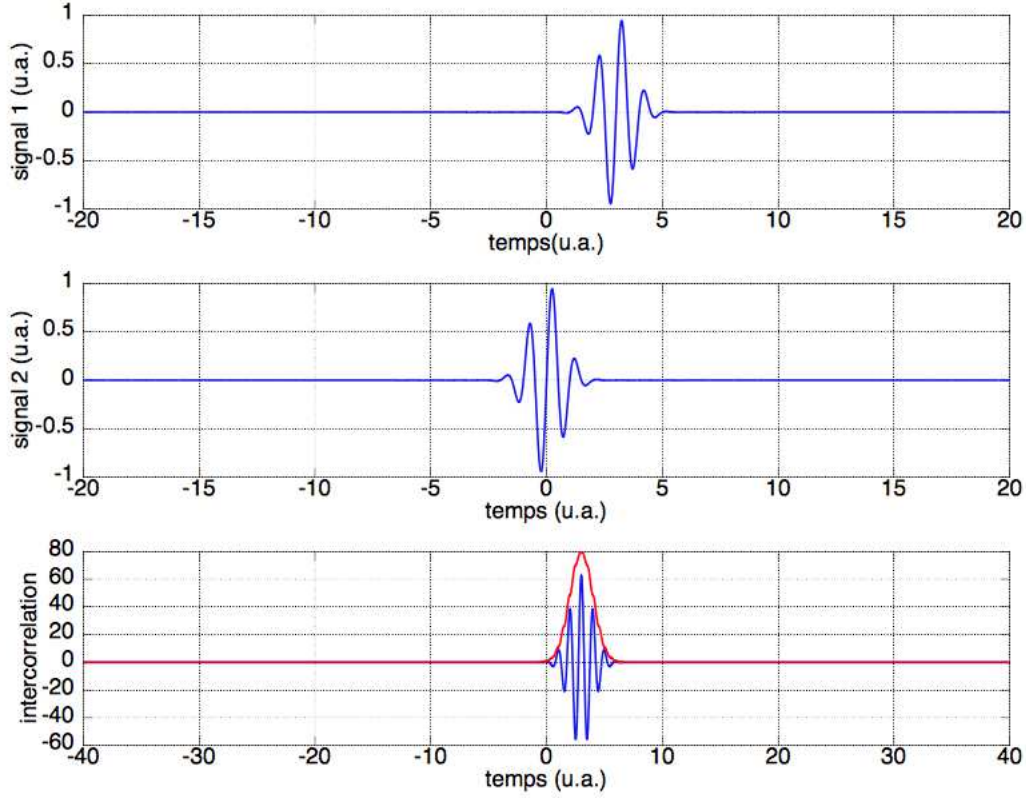


FIGURE 3.13 – Ces deux signaux peuvent s'apparenter à une impulsion de RADAR, le signal émis se situerait sur le graphique du milieu tandis que le signal récupéré après un certain temps de vol et une réflexion se situerait sur celui du dessus. Sur le dernier graphique l'inter-corrélation entre le signal émis et le signal reçu est non-nul que lorsque le signal reçu ressemble au signal émis. Le maximum d'inter-corrélation indique le retard (ou temps de vol) entre impulsion émise et reçue. Source : [33]

est que l'inter-corrélation entre deux signaux, supposés unidimensionnels dans un premier temps, de moyenne nulle, $s(t)$ et $s'(t)$ est

$$xcorr(s, s')(t) = \sum_{i=-N}^N s_i s'_{i-t}$$

Aucun facteur de normalisation n'est appliqué de base à cette fonction sous Octave. Ce concept est également applicable en 2 dimensions et est réalisé par la fonction

"xcorr2", sous Octave. Elle permet d'effectuer les recherches de ressemblances d'un même motif d'une image (constitué de plusieurs pixels définis par leurs positions dans l'image et leurs niveaux de gris) sur l'image suivante. Pour chaque déplacement d'un pixel dans les deux directions, la fonction de corrélation est calculée. La figure 3.14 montre le résultat obtenu entre 2 images successives de l'écoulement du ruban d'hydrogène. La recherche du maximum de cette fonction de corrélation permet de déduire le déplacement (en pixels) effectué par le motif entre les 2 images, suivant les 2 directions x et y . On peut observer que le déplacement est bien vertical et vers le bas.

Une condition naturelle, mais néanmoins indispensable au bon fonctionnement de cette fonction est que le motif soit présent entre deux images consécutives. Pour cela, il faut s'assurer que la fréquence d'acquisition du système de capture d'images soit supérieure à la vitesse de défilement. On peut également s'attendre à une meilleure précision si le motif est bien défini, ce qui impose un temps d'exposition court par rapport à la période d'acquisition afin d'éviter le "flou de bougé". Par contre, si cette dernière doit être suffisamment rapide pour qu'un même motif soit présent sur deux images successives, il est néanmoins nécessaire que ce déplacement soit de plusieurs pixels (ou que les motifs reconnus soient très nombreux) pour obtenir une bonne précision. La mise au point de l'objectif joue un rôle important sur le résultat obtenu puisque qu'elle permet que les défauts visibles et indispensables soient plus ou moins définis (cf figure 3.12).

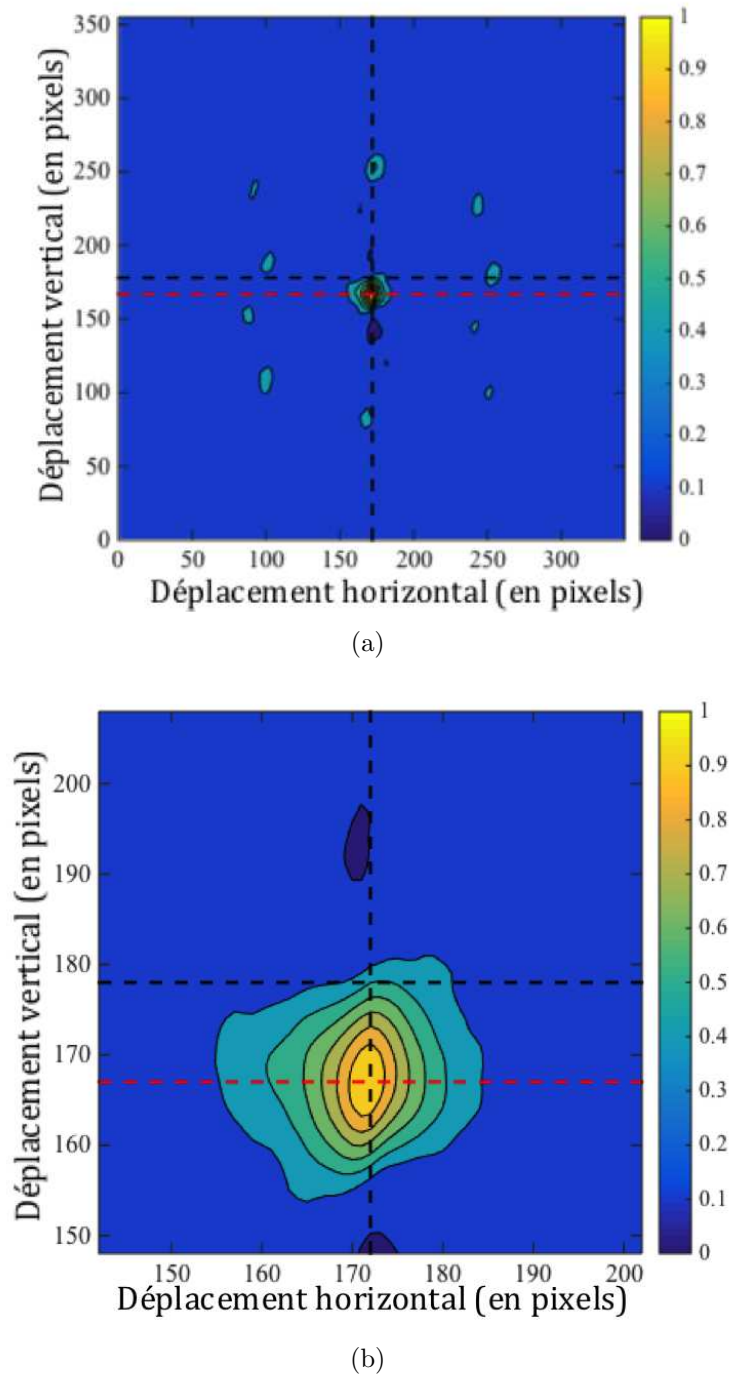


FIGURE 3.14 – (a) Figure d’inter-corrélation normée de deux images successives lors de l’écoulement du ruban. Les pointillés noirs représentent le milieu de la figure, correspondant à un déplacement nul suivant les axes verticaux et horizontaux. Le maximum de corrélation est représenté en jaune. A mesure que l’on se rapproche du bleu, la valeur de la corrélation diminue. Le déplacement vertical du motif est indiqué entre les deux lignes pointillées horizontales. (b) Zoom de la figure d’inter-corrélation autour de son maximum, représenté en jaune. La courbe pointillée rouge présente la position verticale de ce maximum. A mesure que l’on se rapproche du bleu, la valeur de la corrélation diminue.

La figure 3.15 présente un exemple de la projection de la fonction d'inter-corrélation présentée sur la figure 3.14 pour un déplacement horizontal x fixé à la coordonnée du maximum de corrélation.

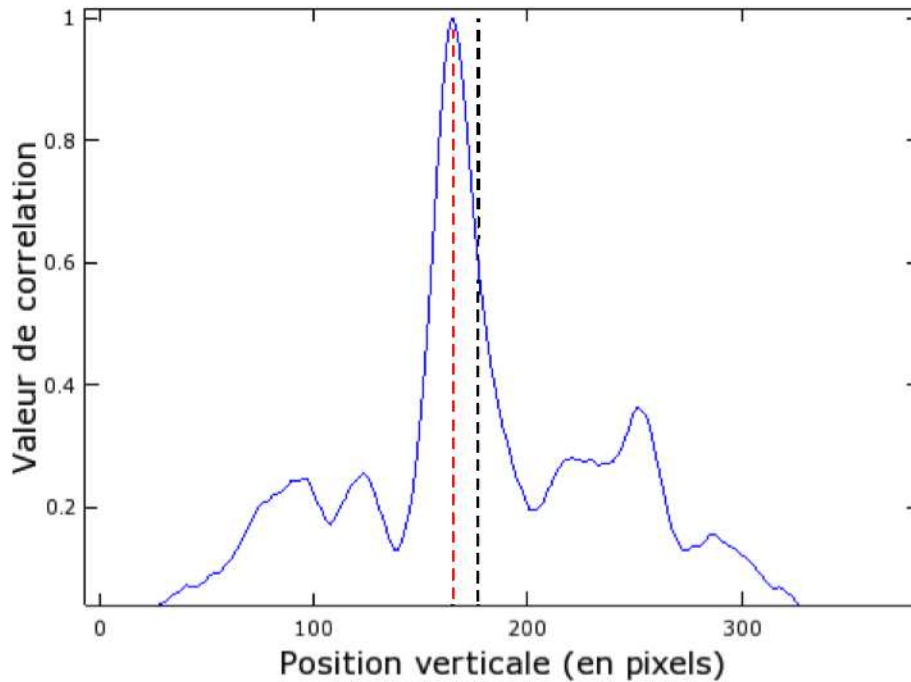


FIGURE 3.15 – Figure d'inter-corrélation réalisée pour le déplacement suivant l'axe y . Le trait pointillé noir représente l'ordonnée du centre de la figure d'inter-corrélation

Sur la figure 3.15, la distance entre les traits pointillés rouges et noirs représente donc le décalage selon l'axe y (en pixels) d'un motif entre deux images considérées. Dans ce cas dy vaut 11 pixels. Il est également possible de tracer cette même courbe représentant le décalage selon l'axe x , qui serait très faible dans le cas d'un léger déplacement horizontal du ruban, voire nul dans le cas présenté en figure 3.14.

Calcul de la vitesse

Une fois que l'on connaît les déplacements suivant les axes x et y , il suffit d'utiliser l'échelle définie précédemment afin de remonter aux distances réelles. La vitesse est calculée par la formule

$$v = dy/dt$$

avec v la norme du vecteur vitesse, dy le déplacement vertical mesuré ci-avant, et dt le temps entre les deux images considérées, qui dépend de la fréquence d'acquisition.

La figure 3.16 présente une courbe obtenue lors d'une mesure de vitesse d'écoulement réalisée pendant 2,5 secondes.

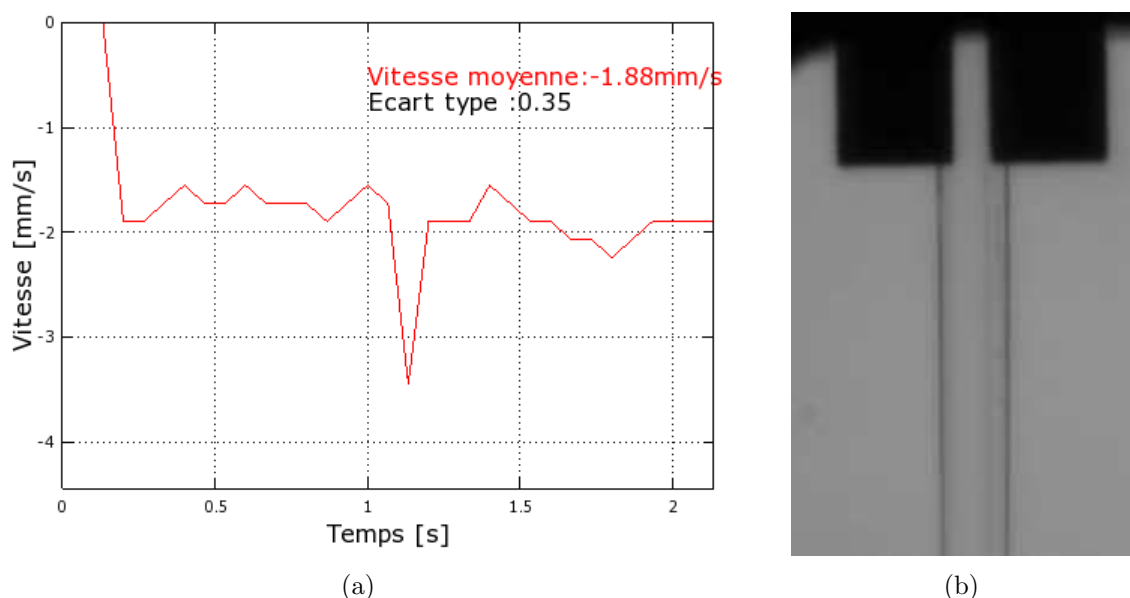


FIGURE 3.16 – (a) Courbe de mesure de vitesse d'écoulement en fonction du temps. (b) Visualisation d'une des photos analysées correspondant à la courbe calculée, réalisée avec la caméra PIKE et l'objectif Pentax 200 mm, à une distance de travail de 1,2 m et une résolution de $45 \mu\text{m}$.

A chaque pas de calcul, l'image analysée est en fait une combinaison du fond de l'image avec elle même. La moyenne de ce fond est réalisée sur les 3 images précédant l'image analysée, permettant d'améliorer la sensibilité de la figure d'inter-corrélation. C'est pourquoi le calcul commence à partir de la quatrième image, et que sur la figure 3.16, les premières valeurs ne sont pas représentées.

Puisque la vitesse est le quotient du déplacement par le temps, l'erreur de mesure est donnée par $\frac{\delta v}{v} = \frac{\delta y}{y} + \frac{\delta t}{t}$. Elle peut être réduite soit en augmentant la distance de suivi d'une particule, soit en augmentant le temps mis par cette particule entre deux positions définies. De plus, cette incertitude est valable pour une mesure unique de vitesse. Si l'on considère que toutes nos mesures sont indépendantes, et que l'on a éliminé tous les biais systématiques (précision sur l'échelle par exemple), cette erreur va diminuer en $\frac{1}{\sqrt{n}}$, avec n le nombre de mesures réalisées. Pour réduire cette incertitude, on peut donc :

- Établir une méthode de calibration à la température ambiante permettant de connaître avec précision la résolution de l'image. Pour ce faire, les différentes interfaces des hublots ainsi que les moyens d'acquisitions doivent être disposées dans les mêmes conditions que celles utilisées dans la phase de fonctionnement normale du cryostat. Une mire graduée permet la calibration.
- Améliorer l'éclairage et la mise au point pour augmenter le contraste de telle sorte à avoir plus de défauts visibles et mieux définis. L'objectif étant d'obtenir des images plus proches de celle présentée en figure 3.12(a) , plutôt que celle présentée en figure 3.12(b).
- Augmenter la fréquence d'acquisition de la caméra ainsi que l'agrandissement. La précision du déplacement est définie au pixel près et s'améliore donc lorsque la taille du pixel diminue, pour autant que l'on puisse encore avoir des défauts présents dans le champ de l'image observée. Par ailleurs, il convient également d'augmenter la fréquence d'acquisition des images pour être certain qu'un même défaut puisse être présent sur 2 images successives (éviter que celui-ci ne soit sorti du champ de l'image). Les mesures de vitesse variant d'un facteur 10, il serait intéressant de faire varier automatiquement la hauteur de cette zone en conséquence.
- Interpoler la courbe d'inter-corrélation. Ainsi, il est possible d'avoir une précision sub-pixels.

3.1.3.2 Mesure de débit

Sur l'installation ELISE, le débitmètre FT300 a été installé à la sortie de la pompe du vide hydrogène. En supposant que la section du ruban soit connue (et ce notamment grâce à l'algorithme de mesure d'épaisseur) et qu'un régime stationnaire soit atteint, le ruban se vaporise entièrement après avoir parcouru une certaine distance, et il n'y a pas d'accumulation d'hydrogène sous forme solide dans l'enceinte à vide. Ce débit permet de remonter à la vitesse d'extrusion par la formule suivante :

$$v_{H2} = \frac{Q * M}{S * \rho_{sol} * 22,4 * 10^{-3}}$$

Avec S la section du ruban, ρ_{sol} la masse volumique du solide, M la masse molaire de l'hydrogène, Q le débit volumique. La figure 3.17 montre le débitmètre utilisé à la

sortie de la pompe pour réaliser cette mesure.

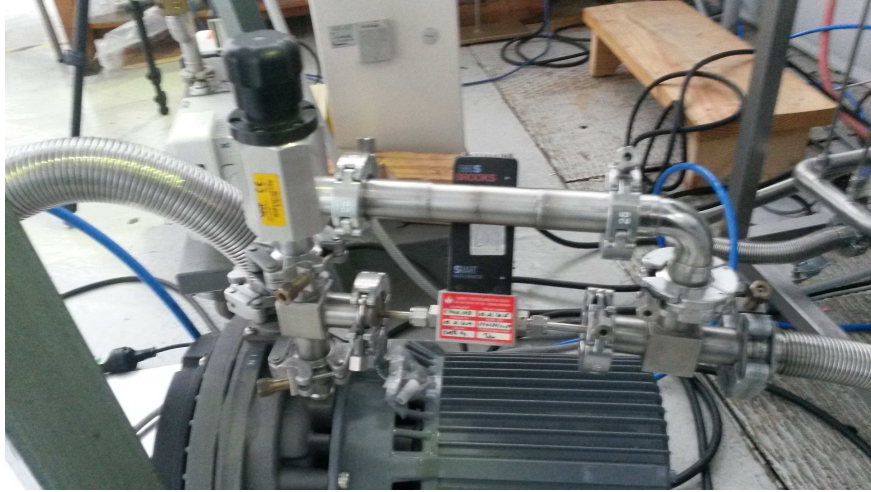


FIGURE 3.17 – Débitmètre installé en sortie de la pompe primaire branchée sur le vide hydrogène. Un système de by-pass permet de faciliter le pompage lors du prévidage de l'installation

3.2 Résultats et discussions

3.2.1 SOPHIE

3.2.1.1 Buse cylindrique

Sur l'installation SOPHIE, la première buse ayant permis la réalisation d'écoulements d'hydrogène solide a été une buse à section cylindrique de $140\ \mu\text{m}$ de diamètre. La figure 3.18 présente un tel cylindre. Les mesures de pression dans la cellule sont obtenues à l'aide d'un capteur de pression keller 0-200 bar à jauges de contrainte.

La forte vitesse d'écoulement, combinée à la faible résolution spatiale et temporelle dont nous disposions au moment de cette expérience ne nous a pas permis d'obtenir des mesures précises de la vitesse d'écoulement du cylindre extrudé, compte tenu de la qualité des images obtenues. De plus, sur l'image présentée, le cylindre ne semble pas transparent. Cela peut venir d'une surexposition, d'un effet de dioptre au sein du matériau et/ou d'un flou de mise au point. Le dispositif d'acquisition était composé de la caméra Pike et de l'objectif sigma f8. L'imprécision sur la mesure est principalement due à la résolution de l'ensemble, qui est de $22\ \mu\text{m}/\text{pixel}$.

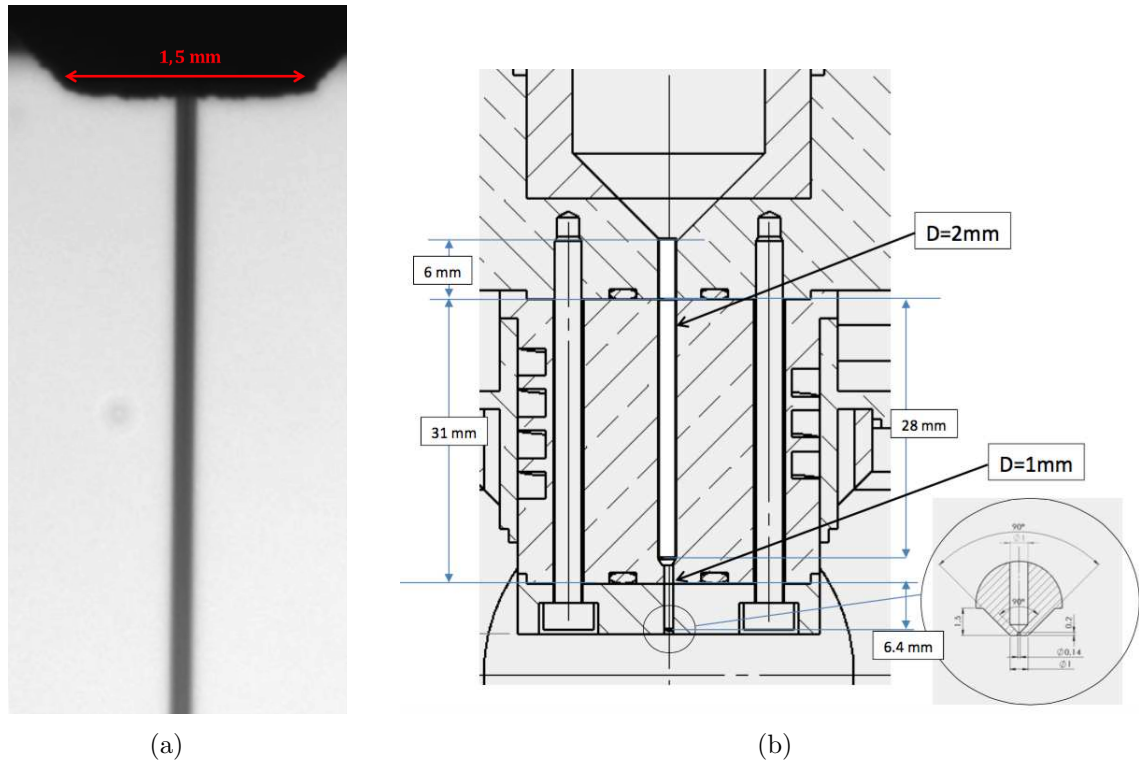


FIGURE 3.18 – (a) cylindre d’hydrogène de $90\ \mu\text{m}$ de diamètre (mesure) obtenu par extrusion (b) géométrie du canal d’extrusion. La buse est en laiton et mesure $140\ \mu\text{m}$ de diamètre uniquement sur une hauteur de $200\ \mu\text{m}$. Vidéo réalisée avec la caméra PIKE et l’objectif sigma f8 mirror à une distance de travail de 1,5 m et une résolution de $22\ \mu\text{m}$.

Lors de ces expériences sur le cryostat sophie, nous ne disposions pas encore du débitmètre FT300 présenté en figure 3.17. Cependant, la lecture de la pression dans le vide d’hydrogène, combinée aux caractéristiques de pompage de la pompe primaire nous a permis de calculer le débit d’hydrogène pompé, et de valider l’ordre de grandeur de ces vitesses, en supposant connaître la section droite qui peut évoluer pour chaque pression. En général, avec les jauges à vide utilisées, la pression est connue à un facteur 2 près. Ainsi, si la vitesse de pompage du groupe est constante ou bien connue, ce facteur 2 se reporte sur la précision de la valeur de vitesse calculée. Pour des petites vitesses, ces valeurs correspondent à celles mesurées par l’utilisateur qui suit une particule à l’écran qui sont bien visibles, contrairement à ce qui est présenté en figure 3.18(a). En effet, au moment où ces expériences ont été réalisées, l’algorithme de mesure de vitesse n’était pas encore développé. La fréquence d’acquisition de 15 images par seconde et le champ de vision de 4 mm limite la vitesse maximale observable à $v_{lim} = \Delta h * f_{acq} = 60\text{mm/s}$.

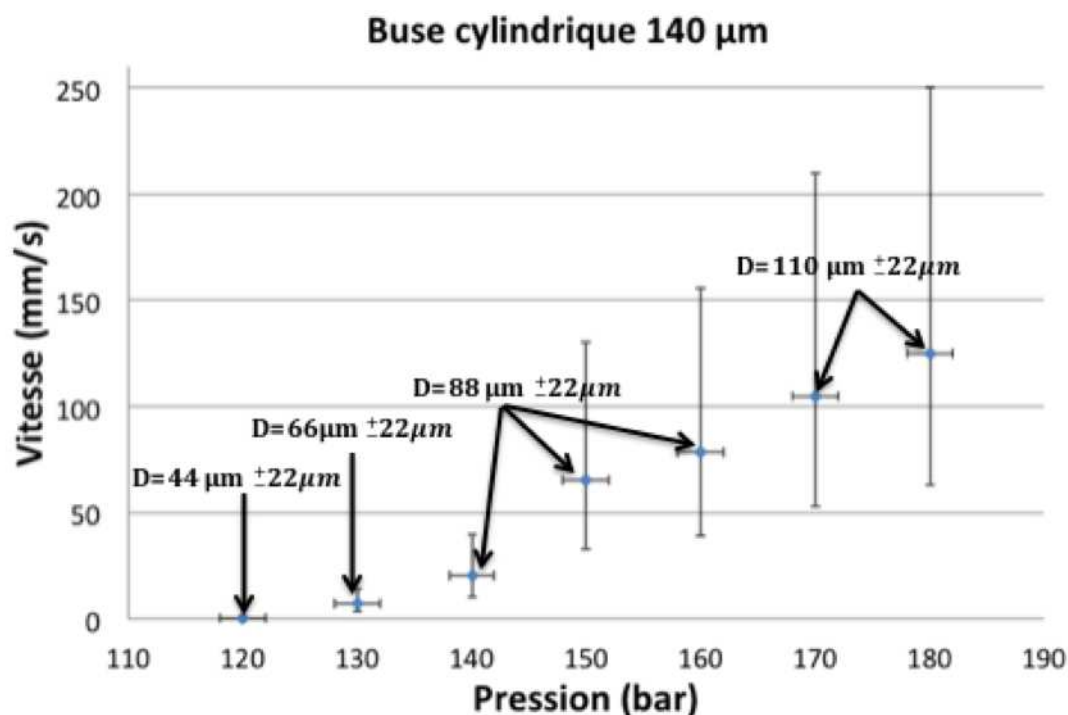


FIGURE 3.19 – Mesure de vitesse pour une buse de $140\ \mu\text{m}$ de diamètre et une température de buse de $12,7\ \text{K}$. La température du bas de la cellule étant fixée à $11,3\ \text{K}$.

Comme indiqué sur la figure 3.19, le diamètre apparent n'était pas constant au cours de l'extrusion. Celui-ci grossissait à mesure que la vitesse (ainsi que la pression) augmentait. Cette mesure de diamètre est réalisée en utilisant la méthode de mesure d'épaisseur par analyse d'images présentée à la partie 3.1.2.

Aucune hypothèse émise n'a à ce jour expliqué ce phénomène de façon convaincante. Une explication plausible réside dans le fait que l'extrusion semble débuter au cœur de l'hydrogène, au centre de la buse. On peut supposer qu'une couche d'hydrogène solide adhère le long de la paroi interne de la buse. L'augmentation de la vitesse d'écoulement générée suite à une augmentation de pression peut induire un échauffement local qui abaisse localement la contrainte de cisaillement dans l'hydrogène, le rendant ainsi moins rigide et plus enclin à se cisailier. Le front de cisaillement se déplace alors (en augmentant la section cisailée) jusqu'à trouver un nouvel équilibre thermique.

L'allure générale de la courbe correspond à celle attendue suite aux calculs numériques qui seront présentés au chapitre 4 : On retrouve les caractéristiques d'un fluide à seuil, ainsi qu'une évolution dans le même sens de la pression et de la vitesse une

fois l'écoulement établi. Une hystérésis a été observée avec cette buse au niveau de l'épaisseur du cylindre : l'évolution du diamètre en fonction de la pression appliquée était plus lente lors de la redescente en pression que lors de celle de montée. Le temps limité d'expérimentation n'a cependant pas permis de confirmer cette observation.

Les différentes incertitudes cumulées tout au long de la chaîne d'acquisition (pression d'hydrogène mesurée, courbe caractéristique de pompage, ou encore section réelle extrudée) donnent un indice de confiance modéré dans ces résultats. Une future expérience réalisée dans les mêmes conditions devra être mise en place afin de les confirmer, tout en utilisant les outils de mesures développés dans le cadre de cette thèse. Il est également important d'explorer ce comportement pour des températures de buse différentes.

3.2.1.2 Buse rectangulaire

La buse cylindrique présentée dans la section précédente, réalisée pour vérifier la faisabilité de l'extrusion avec ce système et visible en figure 3.18, a ensuite été remplacée par une buse rectangulaire de $100\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur théorique et d'une largeur de 1 mm . La cote réelle de celle-ci est de $120\text{ }\mu\text{m}$, mesurée à l'aide d'un projecteur de profil.

La figure 3.20 présente les résultats obtenus. La section de la buse rectangulaire est maintenant beaucoup plus grande que celle de la buse cylindrique. En terme de frottement, on peut donc s'attendre à des pressions moins élevées pour extruder l'hydrogène, et pour un même déplacement du "piston virtuel". On aura ainsi un débit en sortie équivalent et par conséquent une vitesse du film bien moindre, dans le rapport des sections.

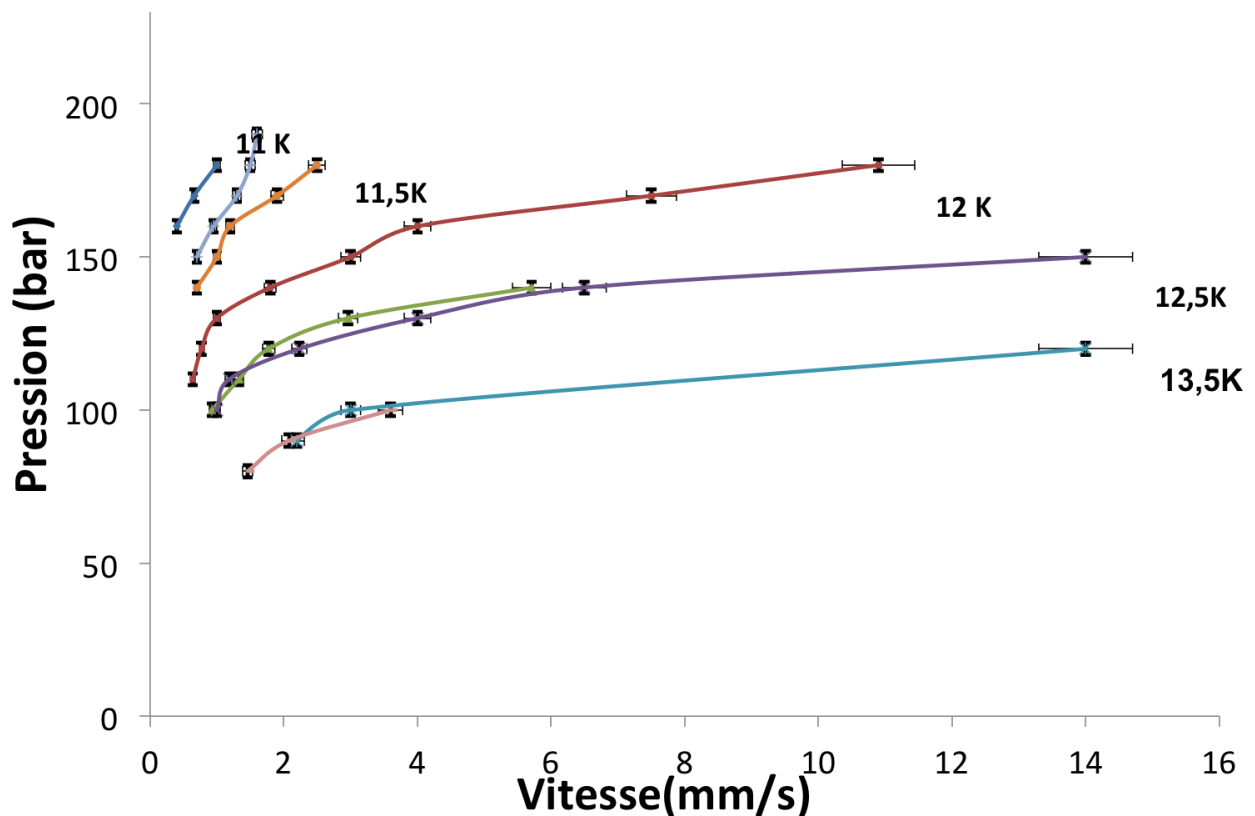


FIGURE 3.20 – Évolution de la vitesse d'écoulement en fonction de la pression pour différentes températures de buse.

Les vitesses mesurées sont obtenues à l'aide de l'algorithme d'inter-corrélation d'images adossé à la caméra Pike et à l'objectif Pentax de 200 mm de focale à une distance de

1,2 m avec une résolution de $40\ \mu\text{m}$, tandis que les pressions sont mesurées avec un capteur de pression keller 0-200 bar à jauge de contrainte. Cette figure 3.20 montre que :

- Pour une température de buse fixée, une augmentation de la pression engendre une augmentation de la vitesse.
- Pour une pression d'extrusion fixée, l'augmentation de la température de la buse augmente la vitesse d'écoulement du ruban d'hydrogène.

Ces observations sont en accord avec le comportement attendu. En effet, comme il a été décrit dans le chapitre précédent, une diminution de la température va générer une augmentation de la résistance au cisaillement, et ainsi une pression plus élevée sera nécessaire pour la mise en mouvement du solide. Une fois le solide en mouvement, c'est le flux de chaleur généré par les frottements à la paroi qui contribuera à la réduction de la contrainte de cisaillement.

Les pressions mesurées par le capteur keller, qui a une précision de 5 % de sa pleine échelle (200 bar), correspondent à celles lues sur un manomètre à aiguille. L'incertitude est de l'ordre de 1 à 2 bar.

En revanche, les barres d'erreur verticales correspondent aux écarts types calculés à l'aide de l'algorithme de mesure de vitesse. On peut observer sur le graphique qu'elles augmentent à mesure que la vitesse augmente.

La figure 3.21 présente quelques exemples de rubans réalisés avec différents paramètres du système d'acquisition. L'éclairage et le réglage du contraste de la caméra jouent un rôle important sur la qualité de l'image et donc sur les mesures qui en résultent.

Il est également important de préciser que les mesures présentées sur ce graphique correspondent à des écoulements bien établis avec l'hydrogène qui occupe la totalité de la section de la buse ($1 \times 0,120\ \text{mm}^2$), contrairement aux mesures présentées sur la figure 3.19. Ainsi, les seuils d'écoulement présentés sur ce graphique sont ceux en régime établis. Ils diffèrent des seuils réels observés. A titre d'exemple, avec une buse à une température de 12,5 K, le seuil réel d'écoulement se situe autour de 70 bar. Cependant, à cette pression, seul un petit filet d'hydrogène (d'environ $0,5 \times 0,1\ \text{mm}^2$) est extrudé. De la même façon que pour les expériences réalisées avec la buse cylindrique, à mesure que la pression augmente, la section du ruban extrudé augmente également jusqu'à occuper toute la section en sortie de la buse. Le phénomène d'hystérésis observé une première

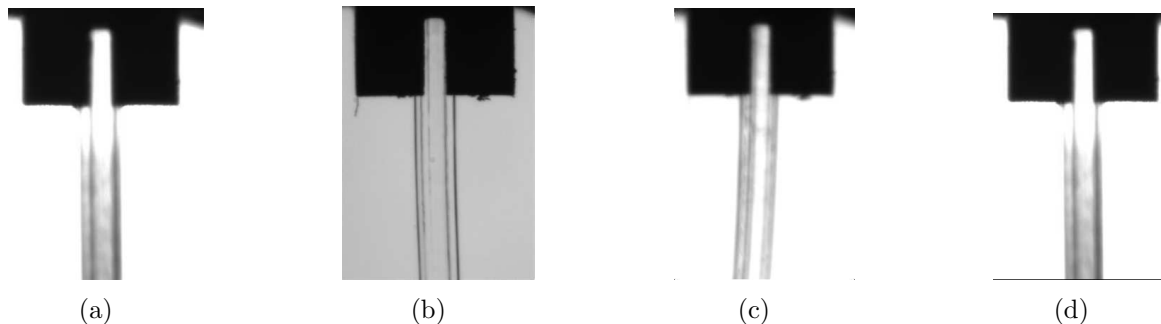


FIGURE 3.21 – Rubans d’hydrogène solide observés avec une intensité lumineuse, et un contraste différent. Les conditions d’extrusions sont identiques pour les 4 images (une pression de 140 bar, une buse à 12 K et une vitesse de l’ordre de 2 mm/s). Vidéos réalisées à l’aide de la caméra PIKE et de l’objectif Pentax 200 mm à une distance de 1,2 m avec une résolution de $40\ \mu\text{m}$

fois avec les buses cylindriques ne semble pas être présent pour les buses rectangulaires. Le temps limité d’expérimentation ne nous a cependant pas permis de reproduire le phénomène observé avec les buses cylindriques.

Il est nécessaire de dépasser une certaine vitesse v_{min} , afin que le ruban ne se soit pas totalement sublimé à une distance donnée de la buse par le flux de chaleur qu’il reçoit par rayonnement. Pour une distance de 2-3 mm, cette vitesse, obtenue expérimentalement, est de l’ordre de 1 mm/s. Une fois cette vitesse dépassée, le ruban semble occuper toute la largeur de la buse. Cette observation devra être confirmée par de nouvelles mesures d’épaisseurs réalisées pour différentes températures et pressions.

Il semblerait que le système présente également une vitesse limite d’écoulement v_{max} . En effet, au delà d’une vitesse de l’ordre de 14 mm/s, le solide change de phase et c’est un mélange diphasique qui s’écoule. Compte tenu des pressions mises en jeu lors de ce phénomène, la cellule se vide en une dizaine de secondes.

L’hypothèse principale de la cause de ce phénomène réside dans le fait qu’à partir de cette vitesse v_{max} la puissance générée par les frottements lors de l’écoulement ne permet pas de garder constante la température désirée au niveau de la buse. Un gradient thermique est alors établi. Ainsi, elle génère un échauffement local qui conduit à la fusion complète ou partielle de l’hydrogène. Si la paroi atteint la température de fusion de la glace, une couche d’hydrogène fluide est alors formée sur celle-ci. La contrainte

de cisaillement à la paroi est alors énormément réduite. Le solide ne rencontre donc quasiment plus de résistance, et les pressions mises en jeu conduisent à un écoulement très rapide.

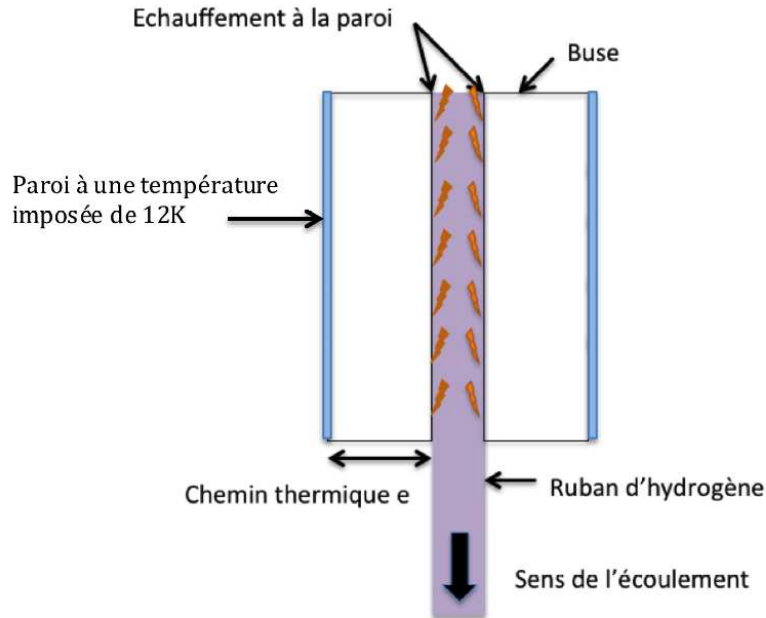


FIGURE 3.22 – Schéma explicatif du phénomène de vidange

Une analyse quantitative permet de valider cette hypothèse. La figure 3.22 présente un schéma simplifié de l'écoulement au travers de la buse. Le flux de chaleur généré par frottement au niveau de la paroi est le produit de la contrainte de cisaillement et de la vitesse d'écoulement du solide. Si on considère une extrusion à 12 K, la contrainte de cisaillement de l'hydrogène vaut environ $\tau = 50000 \text{ Pa}$. La figure 3.20 présente une vitesse limite de l'ordre de $v=11 \text{ mm/s}$ à cette température. Nous avons donc un flux de chaleur :

$$\phi_{paroi} = \tau * v = 550 \text{ W.m}^{-2}$$

Compte tenu de la géométrie de la buse et de son support, le chemin thermique entre la paroi et l'échangeur de chaleur est pris égal à $e=2 \text{ mm}$. Si on considère deux parois planes d'acier inoxydable ($\lambda = 0,77 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$, distantes de e , l'écart de température causé par ce flux est de :

$$\Delta T = \frac{\phi_{paroi} * e}{\lambda} = 1,43 \text{ K}$$

Ce calcul préliminaire montre que la paroi en contact avec l'hydrogène s'élèverait à

une température d'environ 13,4 K. La chute rapide de la contrainte de cisaillement à cette température et les pressions mises en jeu conduiraient à l'accélération de l'écoulement.

Cette explication est cohérente avec les observations précédemment réalisées avec la buse cylindrique. En effet, celle-ci a été réalisée en laiton. Ce matériau a une conductivité thermique nettement supérieure à celle de l'acier inoxydable. Ainsi, il a été possible d'atteindre des vitesses d'extrusions plus élevées avec cette buse, puisque le gradient thermique généré était moindre pour une même vitesse.

Ces phénomènes de vidanges diphasiques de la cellule sont observés et enregistrés en temps réel, aussi bien sur SOPHIE que sur ELISE.

3.2.2 ELISE

3.2.2.1 Buse rectangulaire

La figure 3.23 présente les résultats obtenus au sein du cryostat ELISE avec une buse de 1 mm x 62 μm , mesurée à l'aide d'un projecteur de profil.

Le comportement est identique à celui observé dans le cas d'une buse de 1x0,1 mm^2 : plus la température de la buse est basse, plus la pression nécessaire à l'obtention d'une vitesse donnée est élevée.

Si l'on compare le comportement des deux buses rectangulaires, on peut observer que pour une même température de buse et une même vitesse souhaitée, la pression nécessaire est plus importante pour une buse plus petite. Ce résultat est en adéquation avec le modèle d'extrusion simplifié, présenté au chapitre précédent.

L'objectif Questar QM100 n'était pas disponible au moment de cette expérience. Nous n'avons donc pas de mesures optiques d'épaisseurs de ruban d'hydrogène réalisé sur cette buse avec l'algorithme développé. Cette mesure d'épaisseur a été réalisée à l'aide de la mesure du débit d'hydrogène pompé. On a ainsi un ruban d'une largeur de 62 μm , avec une erreur de mesure de 4 μm .

De même que précédemment, il est également important de préciser que les mesures présentées sur ce graphe correspondent à des écoulements bien établis avec l'hydrogène qui occupe la totalité de la section de la buse (1x0,062 mm^2 , mesurée en amont de l'expérience avec un projecteur de profil). Ainsi, les seuils d'écoulement présentés sur

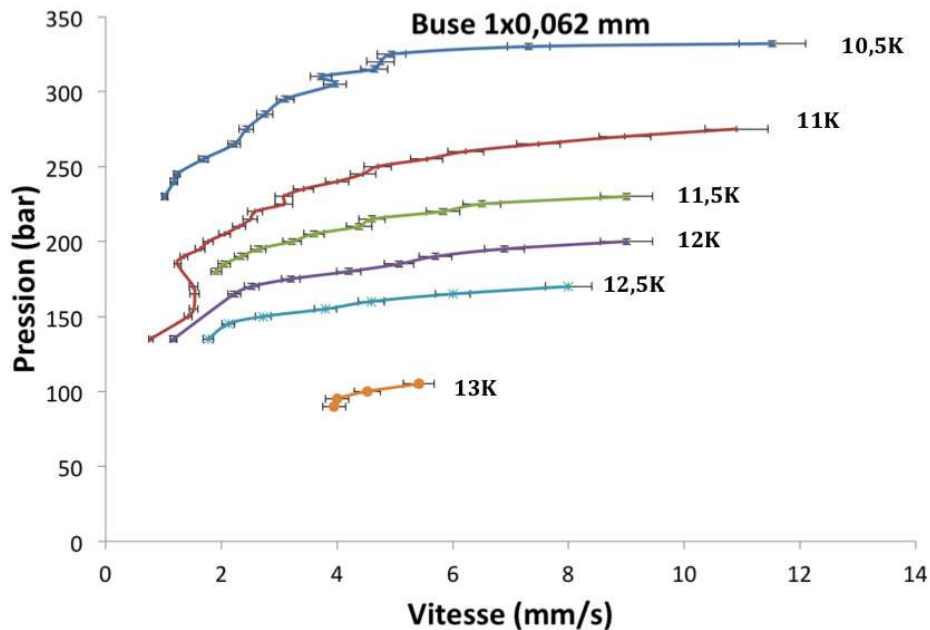


FIGURE 3.23 – Évolution de la vitesse d'écoulement en fonction de la pression pour différentes températures de la buse de $1 \times 0,062 \text{ mm}^2$. Les barres d'erreur sont obtenues à l'aide de l'écart type résultant de l'algorithme de mesure

ce graphique sont ceux en régime établis. Ils diffèrent des seuils réels observés. A titre d'exemple, avec une buse à une température de 12 K, le seuil réel d'écoulement se situe autour de 90 bar. Cependant, à cette pression, seul un petit filet d'hydrogène (d'environ $0,05 \times 0,1 \text{ mm}^2$) est extrudé. De la même façon que pour les expériences réalisées avec la buse cylindrique, à mesure que la pression augmente, la section du ruban extrudé augmente également.

3.2.2.2 Limitation concernant la mesure de vitesse

La fréquence d'acquisition et la résolution spatiale de la caméra ne sont pas les seules limitations existantes pour la mesure de vitesse par inter-corrélation d'image. La qualité du ruban y joue également un rôle déterminant. En effet, si celui-ci ne présente pas un taux d'imperfections suffisant, (défauts de solidifications, échauffement local lors de l'extrusion...), les mesures réalisées seront plus disparates. La figure 3.24 présente deux rubans de qualités différentes analysés par cet algorithme. Sur la figure (a), on peut observer que le ruban se courbe dès la sortie de la buse. Ce comportement n'est

pas jugé acceptable, et disparaît à mesure que la vitesse augmente. Le ruban est jugé recevable (et mesuré) si et seulement si il est rectiligne sur une distance supérieure à 4 mm après la sortie de la buse d'extrusion.

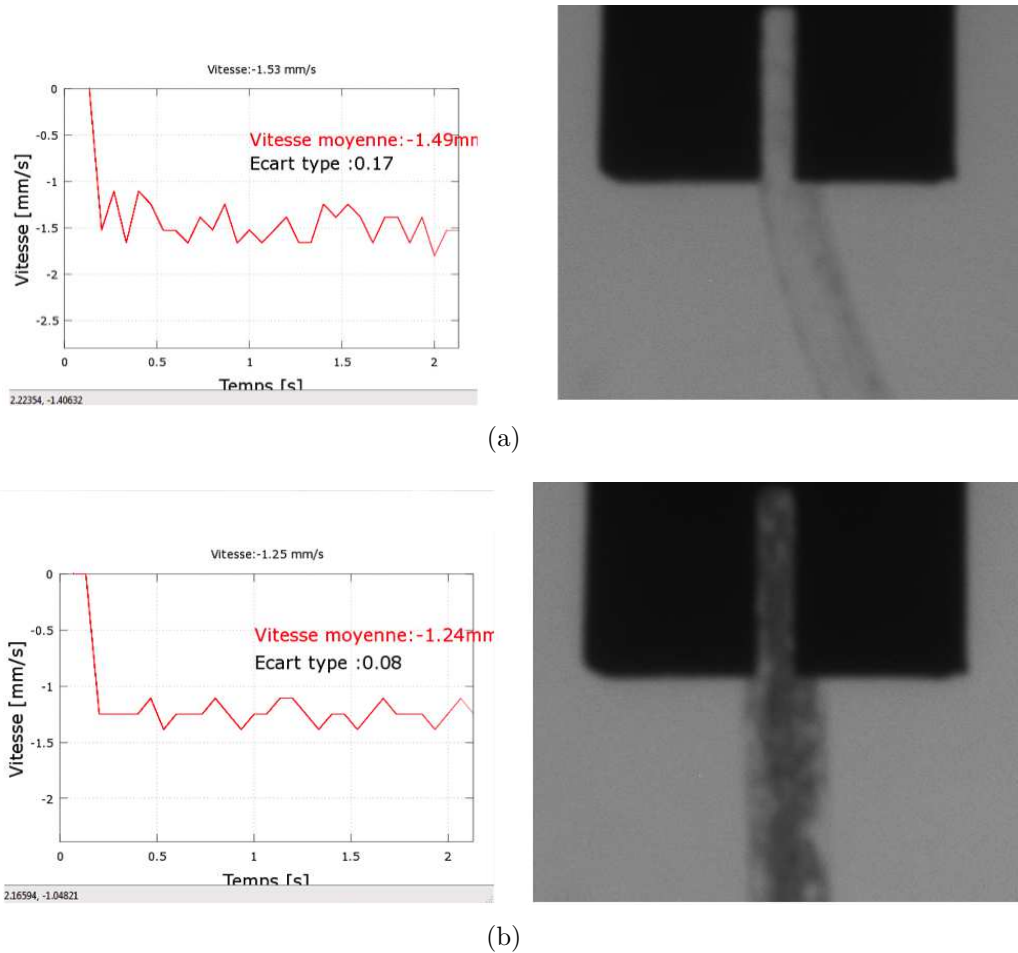


FIGURE 3.24 – Comparaison entre l'analyse d'un ruban de qualité moyenne (a) présentant des impuretés et un ruban de qualité médiocre (b) présentant davantage d'irrégularités. Vidéos réalisées à l'aide de la caméra PIKE et de l'objectif Pentax 200 mm à une distance de 1,2 m, avec une résolution de $40 \mu\text{m}$.

L'écart type obtenu pour un ruban d'une qualité moindre est plus petit que celui obtenu pour un ruban d'une qualité moyenne.

Le tableau présenté en figure 3.25 résume les différentes campagnes expérimentales réalisées au cours de cette thèse ainsi que les différents instruments de mesures associés.

date	cryostat	buse utilisée	grandeur mesurée ou calculée	capteur utilisé	premières extrusions	remarques
21/02/14	SOPHIE II	1	pression dans la cellule	manomètre à aiguille (à chaud)		
			pression dans la cellule	manomètre à aiguille (à chaud)		
03/03/14		2	vitesse du cylindre	jauge à vide (Baratron)+ caractéristiques de la pompe du vide h2		mesure indirecte de la vitesse caméra pike + objectif sigma 600 mm le résultat dépend de la résolution de l'image et de la précision de l'étalon définissant l'échelle
			diamètre du cylindre	Mesure directe sur les images acquises		premiers rubans
17/03/14			pression dans la cellule	manomètre à aiguille (à chaud)		caméra pike+ objectif pentax 200 mm avec et sans doubleur de focale
			vitesse du ruban	pression dans la cellule	manomètre à aiguille (à chaud)	
01/04/14			vitesse du ruban	vitesse du ruban	Mesure directe sur les images acquises + comparaison avec mesure indirecte de pression dans le vide h2	caméra pike+ objectif pentax 200 mm avec et sans doubleur de focale
02/04/14			pression dans la cellule	pression dans la cellule	capteur keller O-200 bar +manomètre à aiguille (à chaud)	installation du capteur de pression à membrane keller O-200 bar
			vitesse du ruban	vitesse du ruban	Mesure directe sur les images acquises	caméra pike+ objectif pentax 200 mm avec et sans doubleur de focale
14/04/14			pression dans la cellule	pression dans la cellule	capteur keller O-200 bar	la vanne thermique ferme la cellule. Seul le capteur keller peut alors donner la pression dans la cellule
			vitesse du ruban	vitesse du ruban	Mesure directe sur les images acquises	caméra pike + objectif pentax 200 mm
	EUISE	4	pression dans la cellule	capteur keller O-200 bar		premiers rubans de 64 microns, proche de la pression limite de la cellule (200 bars)
26/05/14			vitesse du ruban	Mesure directe sur les images acquises		caméra pike + objectif pentax 200 mm
			épaisseur du ruban	Mesure directe sur les images acquises en vue de profil		utilisation de différents objectifs (questar QM100 et sigma f8- 600 mm) avec caméra photon
			pression dans la cellule	capteur keller O-400 bar		réception du nouveau cryostat+cellule+capteur de pression O-400 bar
15/04/15			vitesse du ruban	Mesure avec algorithme développé		
		5	pression dans la cellule	capteur keller O-400 bar		
			vitesse du ruban	Mesure avec algorithme développé+ débitmètre au refoulement de la pompe du vide h2		
01/06/15			épaisseur du ruban	débitmètre au refoulement de la pompe du vide h2		mesure indirecte de l'épaisseur en supposant la vitesse et la section connue
			pression dans la cellule	capteur keller O-400 bar		
		3	vitesse du ruban	Mesure avec algorithme développé+ débitmètre au refoulement de la pompe du vide h2		caméra PointGrey + objectif pentax 200 mm
24/06/15			épaisseur du ruban	débitmètre au refoulement de la pompe du vide h2		mesure indirecte de l'épaisseur en supposant la vitesse et la section connue
	pression dans la cellule		capteur keller O-400 bar			
	vitesse du ruban		Mesure avec algorithme développé+ débitmètre au refoulement de la pompe du vide h2		caméra PointGrey + objectif pentax 200 mm extrusion pendant 8h non stop	

FIGURE 3.25 – Tableau récapitulatif des campagnes menées au cours de cette thèse

buse	description
1	section rectangulaire, usinage laser, 1x0,1mm2
2	section cylindrique diamètre 140 microns
3	section rectangulaire, en 3 parties, 1x0,1mm2, fraisée
4	section rectangulaire, en 3 parties, 1x0,064mm2, fraisée
5	section rectangulaire, en 3 parties, 1x0,046mm2, électro-érosion

3.3 Conclusion

Un système optique permettant la visualisation du ruban d'hydrogène en vue de face et de profil a été défini. La résolution des images obtenues a permis l'analyse de la vitesse de défilement et de l'épaisseur des rubans d'hydrogène solide.

Un algorithme d'inter-corrélation d'images a été développé afin de mesurer la vitesse. Celle-ci est corrélée à une mesure de débit d'hydrogène réalisée en sortie du système de pompage de l'enceinte à vide dans laquelle sort le ruban. L'épaisseur est quant à elle mesurée par une analyse des niveaux de gris de l'image.

Les résultats obtenus ont permis de valider le concept d'extrusion, et ont montré une plage de fonctionnement en vitesse restreinte. Le flux de chaleur apporté par le rayonnement thermique environnant impose une vitesse minimale, tandis que la vitesse maximale est dépendante du flux de chaleur produit par les frottements lors de l'extrusion.

Différentes géométries de buses (cylindriques et rectangulaires) ont été étudiées et confirment ces observations. L'utilisation d'un matériau disposant d'une meilleure conductivité thermique permet notamment d'augmenter cette vitesse maximale.

Chapitre 4

Simulations numériques

Sommaire

4.1	Approche qualitative	118
4.1.1	Physique de l'écoulement	118
4.1.1.1	Équations de Navier Stokes en régime stationnaire	118
4.1.1.2	Comportement de fluides non-newtoniens	119
4.1.2	Modèle d'Herschel-Buckley	120
4.2	Modélisation par éléments finis	121
4.2.1	Modèle	121
4.2.1.1	Géométrie	121
4.2.1.2	Données matériaux	123
4.2.1.3	Conditions aux limites	123
4.2.2	Loi d'Herschel-Bulkley implantée dans CFX	123
4.2.3	Modèle dédié	126
4.2.3.1	Comportement en température	128
4.2.3.2	Sensibilité à l'exposant	128
4.2.3.3	Application à une autre buse	129
4.2.3.4	Limites du modèle	130
4.3	Conclusion	131

Ce chapitre a pour objectif l'établissement d'un modèle comportemental de l'écoulement de l'hydrogène solide au travers de la buse d'extrusion. Une fois validé, il permettra notamment d'extrapoler les résultats obtenus pour des géométries de buses différentes.

4.1 Approche qualitative

Nous avons vu dans le chapitre précédent que le comportement de l'écoulement est particulier. Il débute seulement après le franchissement d'un seuil de pression, avec une première phase d'écoulement à faible vitesse, puis dans un second temps, lorsque l'on continue à augmenter progressivement la pression, la vitesse augmente beaucoup plus significativement. Ce comportement est similaire à celui d'un fluide à seuil, non newtonien. C'est pourquoi lors de l'extrusion, à l'aide de la référence [29], nous avons choisi de considérer l'hydrogène comme un tel fluide plutôt qu'un solide (indéformable), dont le comportement est présenté sur la figure 4.1.

Nous allons dans un premier temps établir une approche qualitative du phénomène, avant de simuler cet écoulement avec un logiciel de calculs par éléments finis.

4.1.1 Physique de l'écoulement

4.1.1.1 Équations de Navier Stokes en régime stationnaire

Ces équations caractérisent l'écoulement du fluide et établissent la relation entre les forces qui s'exercent sur le fluide et son mouvement (vitesse). Dans notre cas, elles sont utilisées pour un écoulement stationnaire (indépendant du temps), isotherme (les équations de chaleur ne sont pas prises en compte) et incompressible (la densité est constante).

$$\begin{cases} \nabla \cdot \vec{V} = 0 \\ \nabla \cdot \vec{\tau} - \nabla p = 0 \end{cases}$$

Avec $\nabla \cdot \vec{V}$ la divergence du vecteur vitesse, $\nabla \cdot \vec{\tau}$ la divergence du tenseur des contraintes et ∇p le gradient de pression.

4.1.1.2 Comportement de fluides non-newtoniens

Un fluide est dit newtonien lorsque la contrainte de cisaillement τ est proportionnelle à son taux de déformation $\dot{\gamma}$, par l'intermédiaire de sa viscosité μ , indépendante de ce même taux de déformation. Les résultats expérimentaux montrent clairement que ce n'est pas le cas de l'hydrogène solide, dont l'évolution de la vitesse en fonction de la pression est réalisée uniquement après le dépassement du seuil (de pression) autorisant l'écoulement. Nous avons donc cherché à modéliser l'écoulement d'un fluide non newtonien qui s'en rapprocherait. La figure 4.1 présente le comportement de tels fluides.

En régime laminaire, les fluides non-newtoniens ayant un comportement non linéaire sont rhéo-épaississants, ou rhéo-fluidifiants : leur viscosité évolue en fonction de la contrainte. Pour les premiers nommés, la viscosité augmente à mesure que la contrainte appliquée σ augmente, tandis que pour les fluides rhéo-fluidifiants, la viscosité diminue à mesure que la contrainte appliquée augmente.

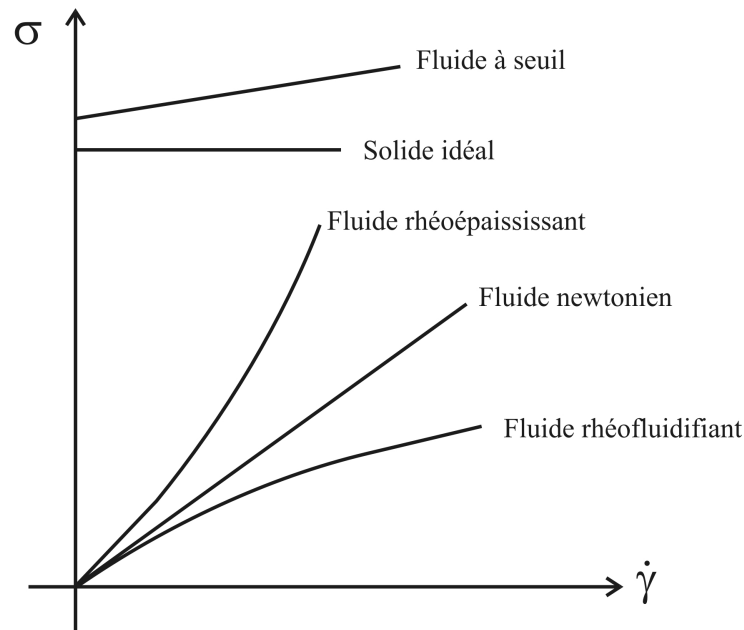


FIGURE 4.1 – Comparaison comportementale d'écoulement de fluides newtoniens et non-newtoniens en régime laminaire. Les fluides rhéo-épaississants voient leur viscosité augmenter en fonction de la contrainte appliquée, contrairement aux fluides rhéofluidifiants. Le fluide de Bingham s'écoule seulement lorsqu'il a dépassé un certain seuil de contrainte.

Le fluide de Bingham est intéressant car il présente un seuil au delà duquel l'écoulement se produit. Il est caractérisé par :

$$\begin{cases} \tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} & \text{si } \tau > \tau_0 \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \tau < \tau_0 \end{cases}$$

Cependant, comme le montre la figure 4.1, l'évolution linéaire de la contrainte de cisaillement par rapport au taux de déformation qui se produit lors de l'écoulement ne correspond pas aux observations de l'évolution non linéaire de la vitesse v par rapport à la pression établie sur SOPHIE et rappelée en figure 4.2. La vitesse est l'image du taux de déformation par la relation $\dot{\gamma} = v/D$, avec D une longueur caractéristique, tandis que la contrainte est l'image de la pression par la relation $\tau = P * S/S_c$ avec P la pression appliquée, S la section de la buse et S_c la surface cisailée.

Les résultats obtenus sur SOPHIE une fois l'écoulement établi montrent qualitativement que l'on a un comportement de type rhéo-fluidifiant, avec une vitesse moyenne qui croît de plus en plus vite à mesure que la pression augmente.

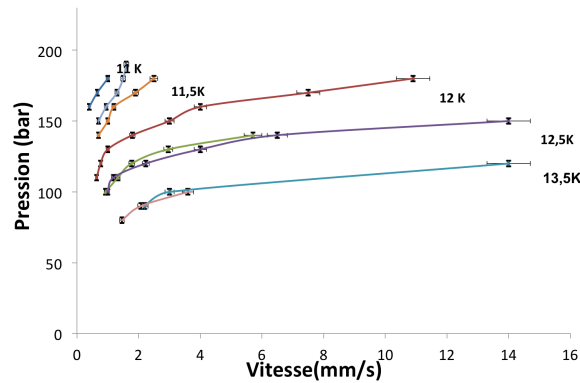


FIGURE 4.2 – Évolution de la vitesse d'écoulement en fonction de la pression pour différentes températures de buse.

4.1.2 Modèle d'Herschel-Buckley

Le modèle d'Herschel-Buckley combine l'évolution rhéofluidifiant ou rhéo-épaississant avec celle d'un fluide à seuil. Il est décrit par l'équation suivante :

$$\begin{cases} \tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma}^n & \text{si } \tau > \tau_0 \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \tau < \tau_0 \end{cases}$$

Avec n l'indice de rhéo-fluidification. Si n est inférieur à 1, on est dans le cas d'un fluide à seuil rhéo-fluidifiant, pour n égal 1 on retrouve le modèle du fluide de Bingham, et pour n supérieur à 1, on est dans le cas d'un fluide à seuil rhéo-épaississant.

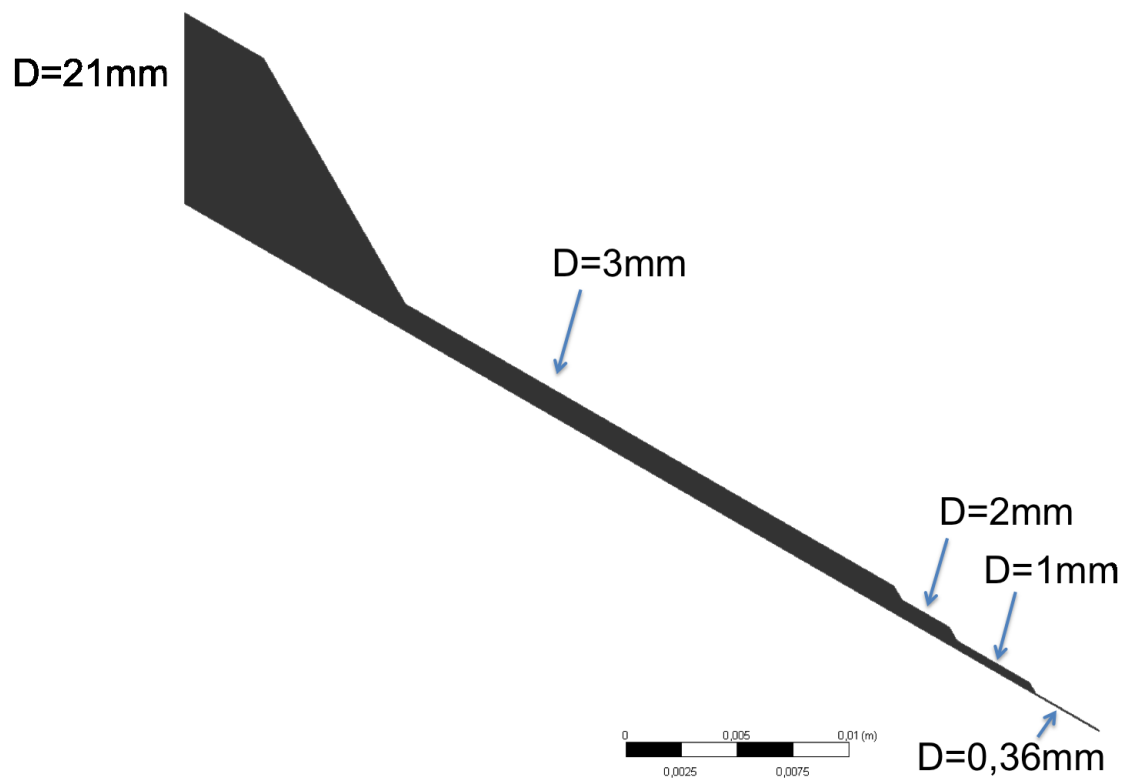
4.2 Modélisation par éléments finis

4.2.1 Modèle

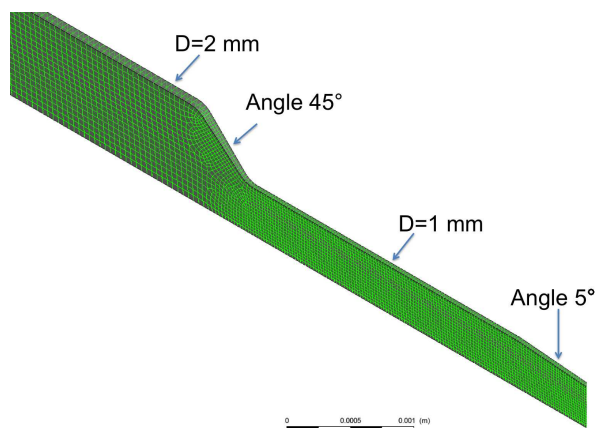
Une première campagne de modélisation de l'extrusion a été menée compte tenu des observations présentées ci-dessus. La modélisation de ce comportement doit permettre une compréhension suffisante des mécanismes d'extrusion en régime établi afin de pouvoir extrapoler les mesures aux buses de section inférieure. Pour rappel, le régime est considéré comme établi si la section ruban occupe la totalité de celle de la buse, et que le ruban est rectiligne sur au moins 4 mm après sa sortie de la buse d'extrusion. Il s'agit d'avoir une estimation fiable des pressions maximales nécessaires aux extrusions pour les différentes buses. Les modélisations ont été réalisées avec l'outil CFX d'ANSYS, un logiciel de calcul par éléments finis permettant la résolution de problèmes de CFD (Computational Fluid Dynamics).

4.2.1.1 Géométrie

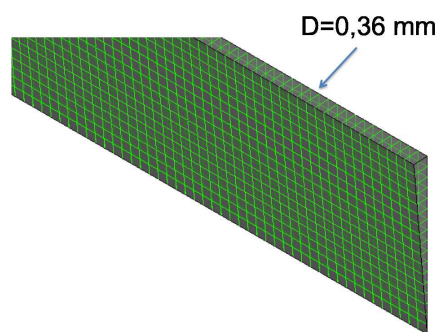
L'étude s'est concentrée sur une buse cylindrique, de même section droite d'extrusion que la buse expérimentale de 1 mm x 100 μ m, soit un diamètre de 0,36 mm. La géométrie tire parti de la symétrie : elle est 2D-axisymétrique. CFX a besoin d'un domaine volumique. Le maillage est créé en 2D avec "Meshing", l'un des meilleurs proposés par ANSYS. Il est ensuite importé dans CFX et extrudé sur un secteur de 5° autour de l'axe de symétrie et des conditions de symétrie sont appliquées sur les faces latérales. Cette méthode permet un maillage très régulier, notamment proche de l'axe de symétrie. Le maillage comporte 21728 nœuds, comme le montre la figure 4.3.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.3 – (a) géométrie axisymétrique de la cellule. De gauche à droite, les différents diamètres de passage de l'hydrogène sont de 21 mm, 3 mm, 2 mm et 1 mm avant d'atteindre les 360 μm (b) maillage du modèle géométrique. Celui-ci a été affiné au niveau de la buse d'extrusion. (c) zoom sur le maillage du bout de la buse d'extrusion.

Afin de limiter les erreurs numériques aux changements de section, des congés ont été ajoutés, permettant un raccordement progressif aux angles de changement de section, et le maillage raffiné aux alentours.

4.2.1.2 Données matériaux

A l'exception de la viscosité et de la contrainte de cisaillement, les données utilisées pour modéliser l'hydrogène solide sont considérées comme constantes. Les expressions de la viscosité et de la contrainte de cisaillement dépendent du modèle utilisé (fluide de Bingham ou modèle d'Herschel-Bulkley)

4.2.1.3 Conditions aux limites

Les conditions aux limites sont appliquées à la veine de fluide présentée sur la figure 4.3. La pression de référence est fixée à 0 Pa, ce qui correspond à la pression en sortie de buse. En entrée (à gauche du domaine), on impose la pression d'extrusion, relative à la référence du domaine. En sortie (à droite du domaine), au niveau de la buse d'extrusion, on impose une pression nulle par rapport à la référence. Ainsi, l'utilisation de la pression absolue et la différence de pression au sein des graphiques sont équivalentes. Une condition de non glissement aux parois est également imposée.

4.2.2 Loi d'Herschel-Bulkley implantée dans CFX

CFX propose deux modèles pour modéliser les fluides à seuil : le modèle de Bingham et celui de Herschel-Bulkley. Comme indiqué ci-dessus, le comportement de l'hydrogène s'approche d'un rhéofluidifiant, c'est-à-dire que la viscosité diminue avec le taux de cisaillement. C'est pourquoi le modèle de Herschel-bulkley semble plus adapté.

Dans ce modèle, CFX modélise la viscosité en fonction du taux de cisaillement à l'aide de la relation suivante :

$$\mu_{eq} = \frac{\tau_0(T)}{\dot{\gamma}} + \mu_0(T) \cdot (\lambda \dot{\gamma})^{n-1}$$

μ_{eq} correspond à une viscosité équivalente telle que $\tau = \dot{\gamma} \mu_{eq}$. Les valeurs de seuil et de viscosité sont tirés de la référence [29] :

$$\tau_0(T) = 0,026 \exp(0,28(T_s - T)) \text{ [MPa]}$$

$$\mu_0(T) = 0,0027 \exp(0,44(T_s - T)) \text{ [MPa.s]}$$

T_s est la température du point triple, 13,83 K.

Une fois l'exposant n fixé, le second paramètre sur lequel il est possible d'agir est la constante d'ajustement λ .

Nous avons dans un premier temps essayé de faire varier l'exposant afin d'obtenir des courbes similaires aux mesures à 12 K. Le résultat est présenté sur la figure 4.4, pour une constante de temps de fixée arbitrairement à 1 s :

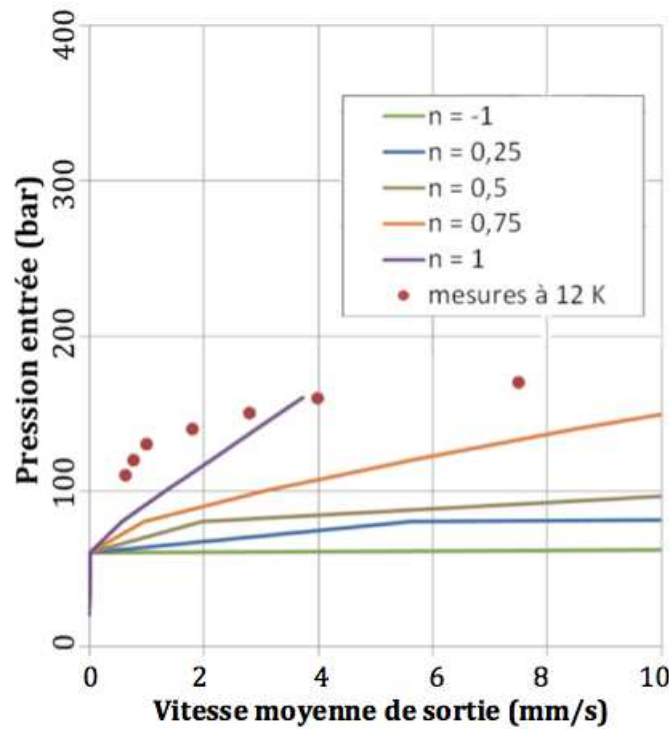


FIGURE 4.4 – Variation de l'indice de rhéo-fluidification n

Plus l'exposant est petit, plus la vitesse moyenne augmente à pression égale par ailleurs, ce qui peut s'expliquer par la baisse de la viscosité. La valeur du seuil ne bouge pas, ce qui transparaît dans la loi, où l'exposant influe sur le second membre, dans la partie visqueuse. La forme des courbes ne correspond pas à celle des mesures qui semblent avoir une dépendance plus importante avec la viscosité : la pente des mesures en échelle semi-logarithmique reste supérieure à celle calculée, même pour des exposants très inférieurs à 1, voire négatifs. Cette valeur négative n'a aucun sens physique. Elle a été étudiée uniquement à titre indicatif.

Nous avons également évalué la sensibilité à la constante d'ajustement, pour un exposant de 0,25, comme le montre la figure 4.5.

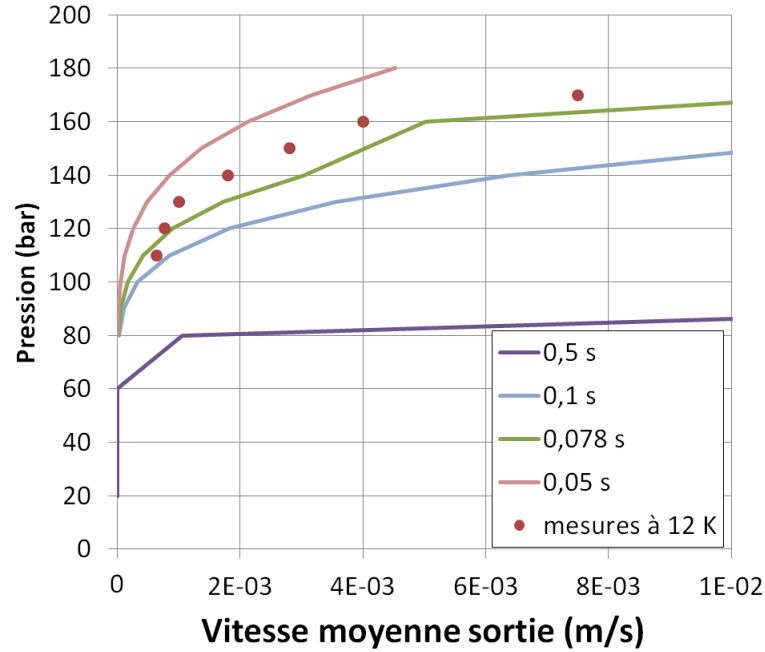


FIGURE 4.5 – Variation de la constante d'ajustement pour $n=0,25$

Jouer sur ce facteur a permis de faire varier la largeur de la transition entre la partie solide (en dessous de 80 bar où la vitesse d'extrusion est très faible) et la partie visqueuse. Un effet sur la vitesse d'extrusion se fait également sentir, ce qui est logique au regard de la loi utilisée.

Pour s'approcher de la courbe expérimentale, il a fallu faire varier les valeurs de viscosité $\mu_0(T)$ et de contrainte de cisaillement $\tau_0(T)$, trouvées dans la seule référence [29]. Il y avait alors quatre paramètres sur lesquels agir, bien loin de toute considération physique.

Ce modèle implanté par CFX semble montrer certaines limites qui ne permettent pas une bonne prise en compte de l'effet de seuil et qui, par conséquent, ne semble pas permettre de modéliser correctement le comportement de l'extrusion d'hydrogène obtenu expérimentalement. La condition d'immobilité du fluide ($\dot{\gamma} = 0$) pour une contrainte de cisaillement inférieure à la contrainte seuil est modélisée par une viscosité tendant vers l'infini lorsque $\dot{\gamma}$ tend vers 0. Dans ce cas, il y a donc une différence entre la loi

modélisée dans CFX et la loi d'herschel-Bulkley originale.

4.2.3 Modèle dédié

Une nouvelle loi comportementale a été implanté dans le solveur CFX, afin de mieux prendre en considération cet effet de seuil. Dans celle-ci, les deux caractéristiques du matériau ont été réutilisées : le fait que l'on ait un fluide à seuil et un comportement de type rhéo-fluidifiant. Nous avons implémenté ces caractéristiques d'une manière différente de celle réalisée dans la loi d'Herschel-Bulkley utilisée par le logiciel :

- La pression en entrée est de la forme

$$P_{entrée} = \max(P_{appliquée} - P_{seuil}; 0)$$

Cette formule impose une pression différente selon la configuration étudiée. En dessous du seuil, aucune pression n'est appliquée afin de simuler la partie solide : sans aucune pression imposée il n'y a aucune extrusion possible. Au-dessus du seuil, seul le différentiel de pression permet l'extrusion.

La pression de seuil est calculée à partir de la valeur de cisaillement du seuil :

$$P_{seuil} = \tau_0(T) \frac{\text{section entrée}}{\text{section cisailée}}$$

La section d'entrée est la section où est appliquée la pression d'extrusion, sur le diamètre 21 mm. La section de cisaillement est estimée à la section latérale de la buse où le cisaillement sera le plus important lors de l'extrusion.

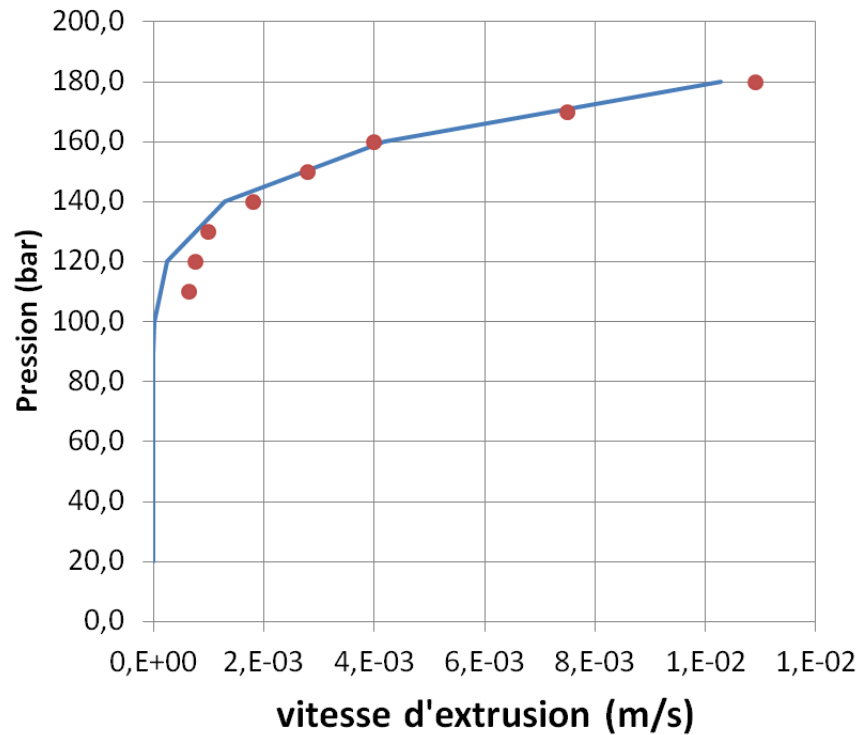
- la viscosité est exprimée en fonction du taux de cisaillement :

$$\mu[Pa.s] = \mu_0(T)(\lambda\dot{\gamma})^{n-1}$$

La différence principale réside dans le calcul du seuil : tandis que pour le modèle d'Herschel-Bulkley il est réalisé à l'échelle locale et on ne contrôle pas ce qui s'y passe, pour le modèle dédié, il est imposé de manière macroscopique à l'entrée de la veine. Les comportements devraient être semblables, mais on constate que l'effet de l'exposant est beaucoup plus prononcé avec le modèle dédié.

Ce modèle possède trois paramètres, la constante d'ajustement λ et l'exposant n ainsi que la longueur de la section cisailée. Celle-ci intervient dans l'expression de

P_{seuil} . Pour un effet rhéo fluidifiant, $n < 1$. Nous avons essayé de caler la modélisation sur les mesures effectuées à 12 K, comme le montre la figure 4.6.



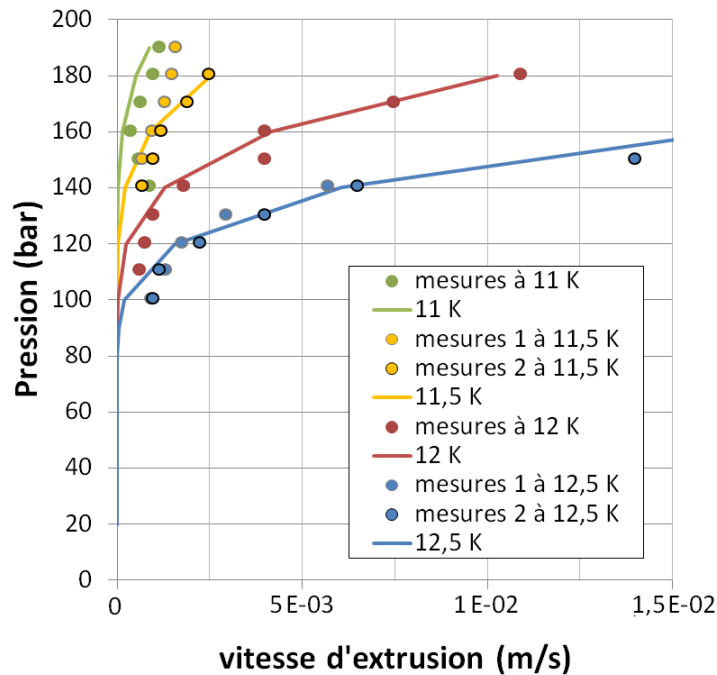
(a)

FIGURE 4.6 – Comparaison entre la simulation numérique du modèle dédié et des mesures expérimentales réalisées à 12K.

La longueur effective de la buse a été fixée à 1,66 mm. Celle-ci est différente de la longueur géométrique correspondant à la partie la plus étroite de la buse (0,86 mm). Cependant, pour atteindre cette section équivalente de 1 mm x 100 μ m, la réduction progressive avec un angle de 5 degrés est appliquée. On peut considérer que la longueur effective prend en compte cet effet. La courbe 4.6 a été obtenue pour un exposant $n=0,25$ et une constante d'ajustement de 0,078 s. L'adéquation avec les mesures est bonne pour les fortes pressions. En dessous de 130 bar, l'écart devient important. Le modèle permet cependant de mieux décrire le comportement du film hydrogène que les modèles de fluide à seuil implantés dans CFX.

4.2.3.1 Comportement en température

À partir de ce jeu de paramètres, nous avons simulé l'évolution des courbes de vitesse d'extrusion en fonction de la température. Le résultat des calculs est montré sur la figures 4.7. La variation en température influe sur les valeurs de la viscosité et de la contrainte de cisaillement du fluide.



(a)

FIGURE 4.7 – Comparaison entre la simulation numérique du modèle dédié et des mesures expérimentales réalisées à différentes températures pour $n=0,25$ et $\lambda=0,078s$

Un même jeu de paramètres permet de correctement prendre en compte l'effet de la température, utilisant les formulations du seuil et de la viscosité présentés dans ce modèle dédié. Les mesures à 11 K sont moins bien modélisées avec un écart environ de 20 bar.

Encore une fois, les vitesses d'extrusion à basse pression sont également mal prises en compte par le modèle.

4.2.3.2 Sensibilité à l'exposant

La figure 4.8 présente la sensibilité de l'exposant sur le résultat.

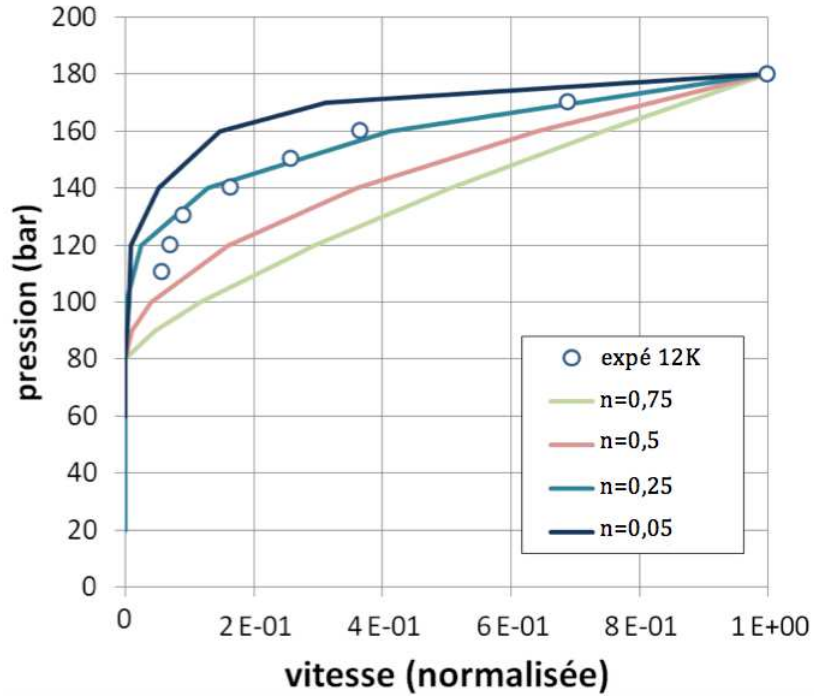


FIGURE 4.8 – Sensibilité de l’exposant sur les résultats obtenus. La courbe Bingham pur correspond à un exposant égal à $n=1$ et une constante d’ajustement de 1 s.

Une diminution de la valeur de l’exposant tend à écarter la courbe obtenue des résultats expérimentaux.

4.2.3.3 Application à une autre buse

Ce modèle a été appliqué à des géométries de buses plus petites. Ainsi, la figure 4.9 présente et compare les résultats obtenus numériquement et expérimentalement avec une buse d’une section de $1 \times 0,062 \text{ mm}^2$. Les paramètres d’exposant et de viscosité présents dans le modèle avec la buse présentée précédemment sont conservés. La pression de seuil est estimée avec la nouvelle géométrie. La longueur effective de la buse permet d’ajuster le seuil. Les calculs précédents ont été réalisés avec une longueur effective h de 1,66 mm. Celle-ci est définie au sein de l’expression de la pression de seuil $P_{seuil} = \tau_0(T) \frac{\text{section entrée}}{\text{section cisailée}}$. La section cisailée étant le produit de cette longueur h et du périmètre de la section d’entrée.

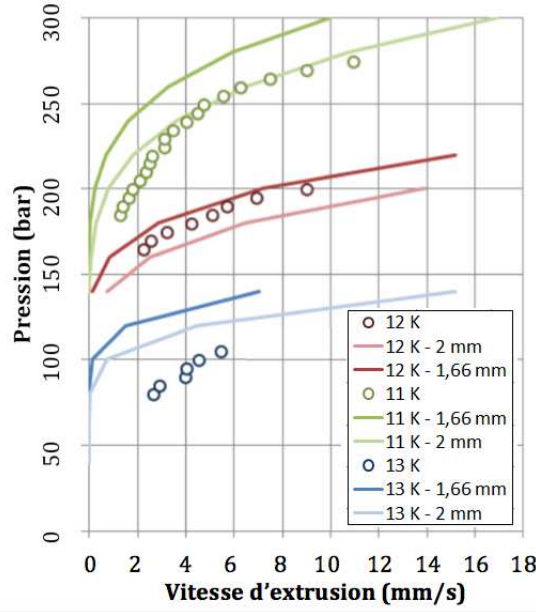


FIGURE 4.9 – Résultats obtenus avec le modèle dédié pour une buse d’une section équivalent à $1 \times 0,062 \text{ mm}^2$.

La variation de cette longueur est un artifice permettant de faire varier de manière simple la pression de seuil, sans intervenir sur la valeur de la contrainte de cisaillement $\tau_0(T)$. Comme on peut le voir sur la figure 4.9, afin de faire correspondre les résultats expérimentaux avec ceux obtenus numériquement, il a fallu faire varier cette longueur h pour une température de 11 K et la fixer égale à 2 mm. De même pour 13 K, les deux longueurs testées ne correspondent pas aux données expérimentales. Pour la buse de $1 \times 0,1 \text{ mm}^2$, ce phénomène de variation de longueur en fonction de la température n’a pas été observé.

4.2.3.4 Limites du modèle

Une première limitation du modèle est l’application du seuil de façon globale en condition d’entrée. Il serait plus juste de pouvoir appliquer cette condition localement dans le domaine de l’hydrogène.

Une autre limitation réside dans l’absence de prise en compte de la thermique de l’extrusion : les frottements sont à l’origine de dissipation d’énergie et il est raisonnable de penser que des élévations locales de température ont lieu. Selon l’amplitude de ces augmentations, l’hydrogène peut potentiellement passer localement en phase liquide et

la viscosité à prendre en compte serait très inférieure à celle du solide.

Le choix de l'utilisation d'une buse de section droite équivalente a été préféré à celui d'une section cisailée équivalente. Il serait intéressant de réaliser ces mêmes calculs avec la vraie géométrie de buse en 3D et de valider cette hypothèse.

4.3 Conclusion

La recherche du modèle comportemental de l'écoulement d'hydrogène solide a permis d'appréhender les phénomènes physiques mis en jeu.

L'hypothèse du comportement d'un fluide non-newtonien pour l'écoulement (fluide à seuil et de type rhéo-fluidifiant) a été préférée à celui du solide déformable. Un modèle d'écoulement dédié à de tels fluides a été mis en place. Il permet une meilleure prise en compte de l'effet de seuil à un niveau macroscopique que celui implanté par défaut dans le logiciel CFX pour une loi de type Herschel-Bulkley. Ce modèle, utilisé en 2D axisymétrique, a donné des résultats cohérents avec les observations expérimentales réalisées avec des buses d'extrusions rectangulaires d'une section équivalente.

Ce modèle mis en place considère la totalité de l'hydrogène à une température constante, égale à celle de la paroi de la buse, et ne prend pas en compte les différents effets thermiques qui entrent en jeu lors de l'écoulement (notamment ceux générés par les frottements). Bien qu'il reste perfectible, il permet une première compréhension du comportement au sein de la cellule lors de l'extrusion.

Chapitre 5

Conclusion et Perspectives

Sommaire

5.1 Conclusion	134
5.2 Perspectives	135
5.2.1 Futures actions à mener	135
5.2.1.1 Moyen d'acquisition et de traitement des images	135
5.2.1.2 Caractérisation d'épaisseur par focalisation lumineuse	136
5.2.1.3 Caractérisation d'épaisseur par transmission alpha	136
5.2.1.4 Cryostat de caractérisation rhéologique	137
5.2.1.5 Cryostat "Plug-and-Play"	137
5.2.1.6 Poursuite des calculs numériques	137
5.2.2 Applications	138

5.1 Conclusion

Ce travail de thèse a permis de valider et de développer un nouveau concept d'extrusion basé sur un brevet déposé par le CEA Grenoble. Les incertitudes liées à sa mise en place et aux résultats attendus notamment en terme de pression, de dimension et de vitesse des rubans ont été levées au fur et à mesure de l'avancement de cette thèse.

La fabrication et l'utilisation des cryostats SOPHIE et ELISE ont rendu possible la production en continu de rubans d'hydrogène solide d'une largeur de 1 mm et de 100 et 50 μm d'épaisseur. Les buses de 25 et 10 μm ont été réalisées et doivent être mise en place. La stabilité et la reproductibilité de l'extrusion ont été validées à de multiples reprises, avec notamment des extrusions réalisées durant 7h. Un système de régulation par commande avancée multi-variables a également été réalisé dans le cadre de cette thèse.

Les rubans d'hydrogène s'écoulent à des vitesses allant de 1 à 14 mm/s, en fonction de la pression exercée, de la température du solide, et de la section de sortie de la buse. Le fonctionnement semble cependant limité à cette plage de vitesse. Une explication quantitative a été apportée au phénomène provoquant les vidanges aux vitesses élevées. Une amélioration possible consisterait à utiliser une buse faite d'un autre matériau plus conducteur thermiquement que l'acier inoxydable 304L. Des moyens de caractérisations spécifiques, basés sur l'analyse d'images ont été développés. Ils permettent de mesurer la vitesse et l'épaisseur du ruban.

Le comportement de l'écoulement a également pu être corrélé par la recherche et l'établissement d'un modèle dédié, obtenu à l'aide de simulations par éléments finis réalisés sur ANSYS CFX. L'hypothèse du comportement d'un fluide non-newtonien pour l'écoulement a été préférée à celui du solide déformable. Celui-ci présente la particularité d'avoir un seuil d'écoulement puis une vitesse qui augmente de plus en plus rapidement à mesure que la pression appliquée en amont augmente. Un modèle d'écoulement dédié à de tels fluides a été mis en place. Il permet une meilleure prise en compte de l'effet de seuil à un niveau macroscopique que celui implanté par défaut dans le logiciel CFX pour une loi de type Herschel-Bulkley.

Ces premiers résultats encourageants ont ouvert plusieurs perspectives, avec notamment l'utilisation de ces cibles dans la recherche et la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu lors de l'interaction laser/matière, ou encore dans des domaines applicatifs, tels que la protonthérapie dans le domaine médical.

Il s'agissait de la première thèse sur ce sujet réalisée au laboratoire des basses températures. Il a donc fallu concevoir puis mettre au point le banc expérimental et définir l'instrumentation associée compatible avec les contraintes cryogéniques et l'environnement hydrogène afin de réaliser ces expériences d'une manière fiable, reproductible et en toute sécurité. Des résultats très encourageants ont été obtenus. Les possibilités d'amélioration tant au point de vue du modèle physique de l'écoulement que de la maîtrise des conditions d'écoulement des films et de leur caractérisation (épaisseur-vitesse) sont d'ores et déjà programmées dans le cadre d'une nouvelle thèse.

Les pistes d'amélioration et de compréhension seront données dans le paragraphe suivant.

5.2 Perspectives

5.2.1 Futures actions à mener

Plusieurs évolutions autour du cryostat ELISE sont envisageables à la suite de cette thèse, aussi bien au niveau des moyens de caractérisations qu'autour du cryostat lui-même.

5.2.1.1 Moyen d'acquisition et de traitement des images

Un système optique (caméra et objectif) offrant une meilleure résolution et adapté à l'acquisition des images lors de l'extrusion doit être étudié. Cela permettrait notamment, en analysant des images plus résolues, de diminuer les incertitudes de mesures.

Le montage et l'utilisation d'un banc optique permettant de calibrer les instruments (caméra, objectifs et éclairage) en dehors du cryostat serait également pertinent.

Les algorithmes de traitement des images permettant les mesures d'épaisseur et de vitesse peuvent également être améliorés. Pour le premier, d'autres méthodes de sélection des bords du ruban peuvent être envisagées, tandis que pour le deuxième, un fit de la fonction de corrélation permettrait d'obtenir une résolution sub-pixel sur le déplacement des particules.

5.2.1.2 Caractérisation d'épaisseur par focalisation lumineuse

L'équipe du GSI de Darmstadt utilise actuellement une technique de caractérisation d'épaisseur basée sur la focalisation d'ondes lumineuses.

Le principe est présenté sur la figure 5.1.

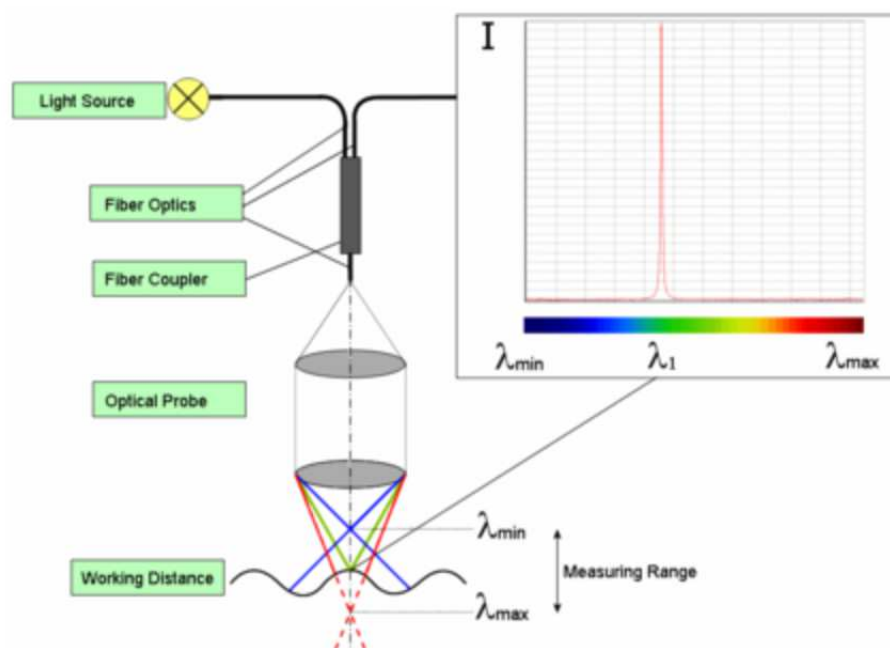


FIGURE 5.1 – schéma de principe de la mesure par focalisation laser.

Il est ainsi possible de réaliser à la fois des mesures de distances avec une précision de l'ordre de la longueur d'onde utilisée, ainsi que des mesures d'épaisseurs d'objets transparents. La longueur d'onde focalisée sur la surface se réfléchit et est captée puis analysée par le système de commande. Le choix de certains appareils correspondant à notre besoin est présenté en annexe D.

5.2.1.3 Caractérisation d'épaisseur par transmission alpha

La mesure de l'épaisseur du film d'hydrogène peut également être réalisée par mesure de l'énergie absorbée par la cible. L'équipe travaillant sur le projet CHYMÈNE, ainsi que l'équipe du GSI ont réalisé ce type de mesures sur des cibles d'hydrogène solide. Pour de plus amples informations, le lecteur est invité à se référer à la référence

[4] et à l'annexe C.

5.2.1.4 Cryostat de caractérisation rhéologique

Dans le cadre de cette thèse, des simulations numériques ont été réalisées par la société Rhéonova. Celles-ci avaient pour objectif de valider le comportement de l'hydrogène solide lors de son écoulement, et notamment l'hypothèse du fluide de Bingham présente dans la littérature.

Bien que cette étude n'ait pas donné de résultats totalement satisfaisants, elle a permis de mettre en évidence plusieurs phénomènes présents dans le processus.

Afin de disposer de la contrainte de cisaillement et de la viscosité de l'hydrogène, il serait intéressant de réaliser un cryostat dédié à de telles expériences. Pour cela, un cylindre d'hydrogène solide serait contenu entre deux plateaux amovibles. En appliquant une force sur ces plateaux et en observant la compression du cylindre, ces propriétés peuvent être déduites, et ainsi être utilisées pour recalibrer le modèle numérique.

5.2.1.5 Cryostat "Plug-and-Play"

Une évolution du cryostat ELISE consisterait à y installer une machine froide de type tube à gaz pulsé ou Gifford Mac-Mahon, de telle sorte à ne plus avoir de circulation d'hélium liquide. Ainsi, ce cryostat deviendrait "Plug-and-Play", et son utilisation en serait simplifiée, notamment pour son installation sur les chambres d'expérience des installations laser.

5.2.1.6 Poursuite des calculs numériques

La recherche du modèle comportemental de l'écoulement de l'hydrogène doit également être poursuivie. Pour ce faire, il semble intéressant d'affiner les résultats des simulations numériques présentés dans cette thèse, et notamment l'étude et la compréhension plus approfondie du modèle dédié qui a été mise en place. L'influence précise de chaque paramètre doit être établie. A titre d'exemple, il peut être utile de corrélérer la constante de temps utilisée avec un temps caractéristique obtenu expérimentalement.

5.2.2 Applications

Plusieurs équipes se sont montrées très intéressées et des contrats de collaboration ont été signés. La première d'entre elles est l'équipe travaillant sur le laser PALS, en République Tchèque.

Lors de la fabrication du cryostat ELISE, les contraintes d'implantation de la chambre laser (notamment l'absence d'écran actif autour de l'écoulement d'hydrogène solide, dans le vide correspondant) ont été prises en compte et les pièces d'adaptations nécessaires ont été réalisées. Le cryostat a été installé au mois d'août 2015 et les premiers tirs lasers ont été réalisés avec succès, permettant ainsi de valider le concept d'accélération de protons avec de telles cibles. La figure 5.2(a) présente les équipes ayant participé à cette intégration. La figure 5.2(b) rappelle le concept d'accélération désiré, tandis que la figure 5.2(c) présente un des résultats obtenus : le tout premier interférogramme sur lequel apparaît l'expansion du plasma généré suite à l'impact du laser sur la cible d'hydrogène solide. L'énergie des tirs lasers a été progressivement augmentée, et ce jusqu'à atteindre un maximum de 577 Joules pendant 350 picosecondes. Une nouvelle campagne expérimentale est planifiée en novembre 2015.

Le LULI est le laboratoire d'utilisation des lasers intenses, sous tutelle du CNRS, de l'école polytechnique, du CEA et de l'université Pierre et Marie Curie. Les physiciens souhaitent également utiliser ces cibles d'hydrogène solide afin d'étudier la physique qui résulte de l'irradiation au laser. Ainsi, le cryostat ELISE a été conçu de manière à être également compatible avec leur chambre laser. Des tirs lasers sur les rubans d'hydrogène sont planifiés au début de l'année 2016. Les physiciens souhaitent également étudier les phénomènes de TNSA et du pouvoir d'arrêt des protons au sein d'un plasma d'hydrogène.

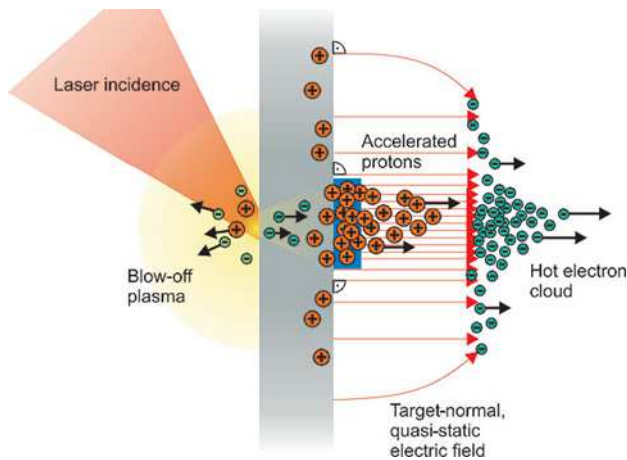
L'ILM (institut Lumière Matière) est un laboratoire du CNRS basé à Lyon. la section "dynamique des états excités" de ce laboratoire s'est également montrée intéressée par la réalisation d'expériences utilisant ces cibles d'hydrogène solide. Ces physiciens souhaitent utiliser ces rubans d'hydrogène dans le but de générer des harmoniques élevées (rayons X-UV). L'avantage de l'utilisation de rubans d'hydrogène solide comme milieu de génération avec une incidence rasante permettrait d'augmenter la densité du milieu. Celle-ci étant de $2.5 \times 10^{22} \text{ molecules.cm}^{-3}$.

L'une des applications potentielles de ces rayons X-UV ainsi générés consiste à augmenter la résolution actuelle des systèmes d'imagerie par rayon X, comme présenté

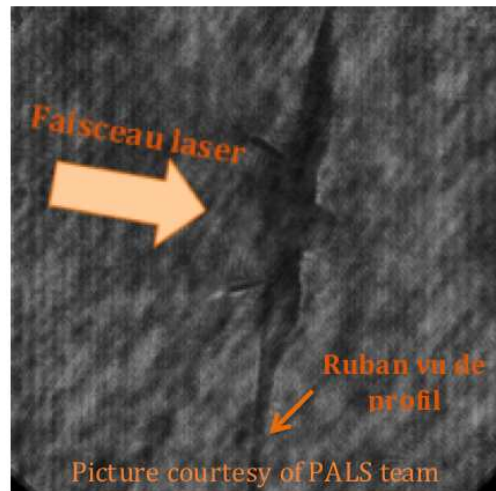
dans le premier chapitre de cette thèse. Cette augmentation de la résolution aurait un grand impact, et ce notamment dans le domaine de l'imagerie médicale.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 5.2 – (a) Les équipes de PALS, d'ELI Beamlines et du SBT ayant réalisé les premiers tirs lasers sur les cibles d'hydrogène solide (b) Rappel du principe de l'accélération de protons par le phénomène de la TNSA [16] (c) Premier interférogramme d'expansion d'un plasma généré à l'aide d'un laser (200 Joules/ 350 picosecondes) et d'une cible d'hydrogène solide

Annexes

Annexe A

DESP

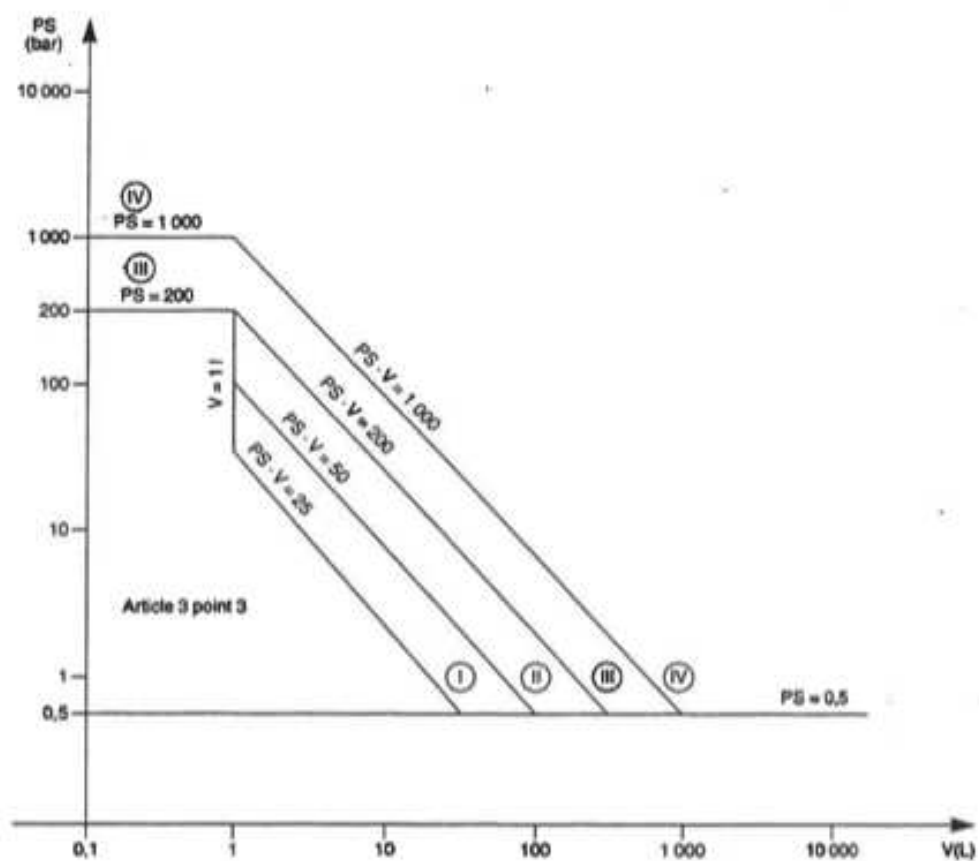


Tableau 1

FIGURE A.1 – Tableau 1 de l'annexe II de la DESP

Procédures d'évaluation

TABLEAU RECAPITULATIF

CATEGORIES DE RISQUES	I	II	II	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III	IV	IV	IV	IV
MODULES	A	A1	D1	E1	B+	C1	B1+	F	B+	E	H	B1+	D	B+	F	G	B+	D	H1		
EVALUATION DES MATERIAUX (si nécessaire)	F	F	F	F	ON		ON		ON	ON	ON	ON	ON	ON		ON	ON	ON	ON		
APPROBATION DU SYSTEME AO COMPLET ou seulement de FABRICATION			ON	ON																	
EXAMEN DE LA CONCEPTION	F	F	F	F	ON		ON		ON		F	ON		ON		ON	ON	ON	ON		
ATTESTATION d'EXAMEN CE de la CONCEPTION							ON					ON									
APPROBATION des ESSAIS et CONTRÔLE PROTOTYPE	F	F	F	F	ON				ON					ON			ON		ON		
ATTESTATION d'EXAMEN CE de TYPE					ON				ON					ON			ON				
QUALIFICATION OPERATEURS	F	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP		
QUALIFICATION MODES OPERATOIRES ASSEMBLAGES PERMANENTS	F	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP		
CERTIFICATION AGENTS END	F	F	F	F	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP	TP		
VERIFICATION DES QUALIF. ET DES CERTIF.	F	F	F	F		F		ON		F	F		F		ON	ON		F	F		
SUIVI des ACTIVITES de PRODUCTION et ESSAIS	F	F	F	F		F		ON		F	F		F		ON	ON		F	F		
SURVEILLANCE des ACTIVITES de PRODUCTION et des ESSAIS		ON	ON	ON		ON				ON	ON		ON					ON	ON		
VISITE FINALE de L'EQUIPEMENT SOUS PRESSION et de la DOCUMENTATION	F	FION	F	F		FION		ON		F	F		F		ON	ON		F	FION		
ESSAIS SOUS PRESSION	F	FION	F	F		FION		ON		F	F		F		ON	ON		F	FION		
VERIFICATION de l'INSTALLATION des ORGANES de SECURITE	F	FION	F	F		FION		ON		F	F		F		ON	ON		F	FION		
DECLARATION de CONFORMITE	F	F	F	F		F		F		F	F		F		F	F		F	F		
ATTESTATION DE CONFORMITE							ON								ON	ON					

ON = ORGANISME NOTIFIE EN CHARGE DU MODULE

TP = TIERCE PARTIE : (ORGANISME NOTIFIE ou ENTITE RECONNUE)

F-I : modules H et H1 pour épreuve (voir art. 10. & 1.6) si équipements vapeur ou eau surchauffée

F = FABRICANT EQUIPEMENTS SOUS PRESSION

G/DI02 - © APAVE - Diffusion interdite

Pilote : SE

Date : 04/2009

Origine Référence IE : G/AP-DI078/017-IE01

Fin

FIGURE A.2 – Procédure d'évaluation selon la DESP

Annexe B

Calculs par éléments finis

Un calcul préliminaire par éléments finis a été réalisé afin de dimensionner la cellule. Pour ce faire un modèle numérique a été utilisé. Les matériaux (cuivre et inox) ont été affectés aux différentes pièces et les contraintes et déplacements ont été imposés : une contrainte de pression de 400 bar au sein de la cellule (flèches rouges sur la figure B.1 ci-dessous), une contrainte de symétrie sur la face au niveau de la coupe, car seule la moitié de la cellule a été représentée pour accélérer le calcul. Une contrainte d'appui plan a enfin été imposée pour éliminer le déplacement vertical. Les résultats sont présentés sur la figure B.2 ci-dessous.



FIGURE B.1 – A gauche : Conditions limites imposées à la cellule pour le calcul par éléments finis. A droite : Maillage utilisé lors des calculs par éléments finis

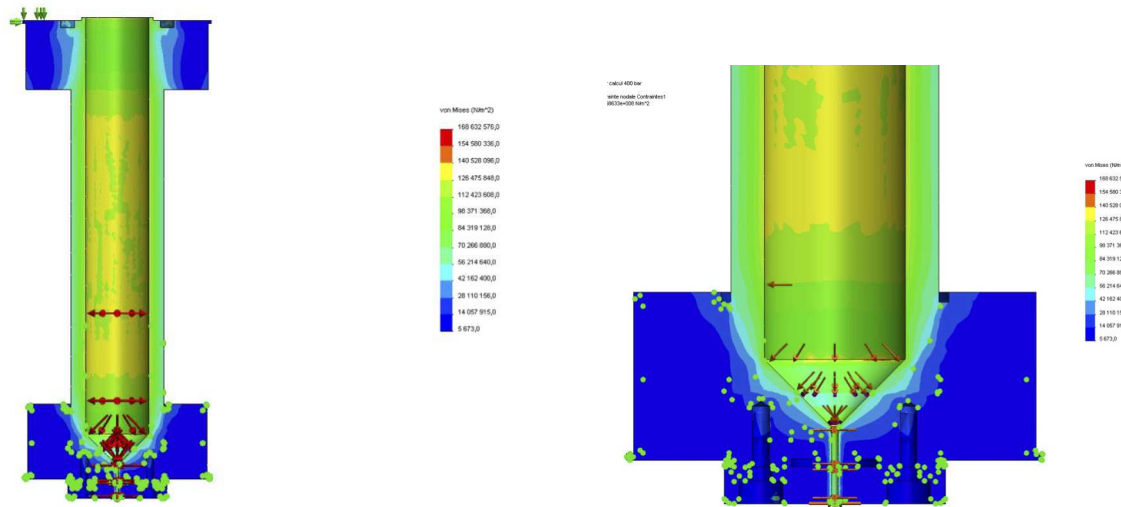


FIGURE B.2 – A gauche : Contraintes de Von Mises obtenues au sein de la cellule complète. A droite : Zoom sur la partie inférieure de la cellule.

Conclusion

Lorsque la cellule est soumise à 400 bars, les contraintes de Von mises sont inférieures en tous points à la limite élastique du matériau dans la partie inox. En effet, la contrainte maximum dans cette partie est de 126 MPa , soit environ la moitié de la limite élastique ($Re=210$ MPa pour l'inox).

Dans la partie en cuivre (échangeur inférieur), on peut voir sur l'image qu'en surface (coté intérieur) on atteint, voire on dépasse la limite élastique (70 MPa). On aura donc dans cette zone une légère plastification qui fera un écrouissage de surface. Cette partie en cuivre ne risque pas de se plastifier ailleurs que dans cette zone.

La cellule va donc résister mécaniquement à la pression de 400 bar.

Annexe C

Mesure d'épaisseur par transmission d'énergie alpha

Le principe de mesure est présenté sur la figure C.1.

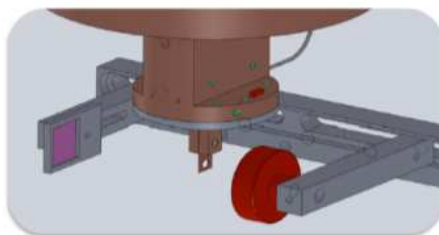


FIGURE C.1 – Installation d'une cible entre une source Alpha et le capteur

Une mesure d'émission de particule Alpha est réalisée. Après une calibration effectuée sur des cibles de densités connues, la cible dont on souhaite mesurer l'épaisseur est insérée entre les deux dispositifs d'émission/réception. La perte d'énergie reçue par le capteur est directement proportionnelle à l'épaisseur de la cible.

La figure C.2 montre les résultats obtenus au GSI avec une telle méthode. Ceux-ci ont été présentés lors de la conférence INTDS à Tokyo en septembre 2014.

Compte tenue de la source de particules alpha utilisée ^{241}Am qui à une énergie initiale de 5,5 MeV, la perte d'énergie $\frac{dE}{dx}$ au sein de l'hydrogène est de 18 keV/ μ . Les moyens de mesures d'énergies permettent d'obtenir une résolution de 56 nm.

Cependant, outre la nature radioactive de la source impliquant des mesures de sécurité élevées lors de la mise en place, l'inconvénient de cette technique réside dans

le fait que la mesure d'énergie est moyennée sur un disque d'environ 2,2 mm, bien supérieure à la largeur de notre ruban.

Il serait néanmoins également intéressant de se munir d'un tel appareil et d'étudier les moyens nécessaires à son implantation au sein du cryostat ELISE.

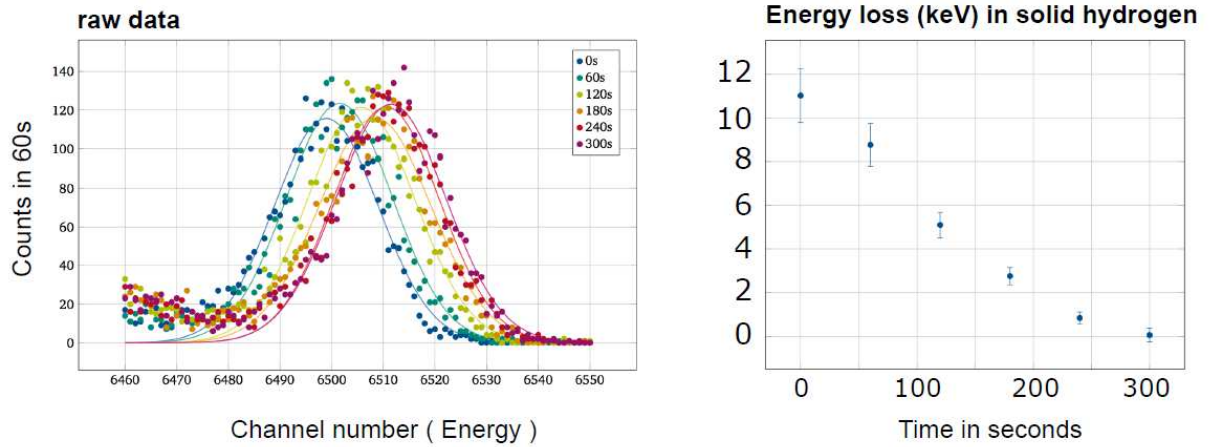


FIGURE C.2 – Mesure d'épaisseur par transmission de particules alpha sur de l'hydrogène solide. La diminution de perte d'énergie au cours du temps correspond à la diminution d'épaisseur due à la sublimation de la cible statique mesurée.

Annexe D

Mesure d'épaisseur par focalisation lumineuse

Il est possible de déduire l'épaisseur d'un objet opaque à la lumière dans le domaine du visible en soustrayant les distances entre deux de ces capteurs placés de part et d'autre de l'objet à mesurer. Il faut cependant s'assurer que la position entre les deux capteurs ne varie pas lors de la descente en température.

Les faibles distances de travail de ces appareils nous obligent à les utiliser sous vide, à proximité du ruban d'hydrogène solide. Seuls certains modèles sont certifiés pour une utilisation dans de telles conditions, comme par exemple le 5002227 de la société precitec. Celui-ci est actuellement utilisé par le GSI et donne de bons résultats. Il correspondrait à notre utilisation puisqu'il a une gamme de mesure de 300 μm , une distance de travail de 4,5 mm et une résolution de 2,5 μm .

Le modèle 5002399 de cette même société fonctionne également sous vide et travaille à une distance de 14,1 mm en ayant une zone de travail de 2 mm. Suite à une discussion avec l'équipe du GSI, il semblerait qu'il donne de meilleurs résultats sur de l'hydrogène solide que le 5002227. La figure D.1 présente la calibration des mesures réalisées avec de tels appareils au GSI. Pour ce faire, la cible analysée se déplaçait à l'aide d'un moteur linéaire effectuant des pas de 100 nm. résolution du capteur est du même ordre de grandeur.

Il serait intéressant de se munir d'un tel appareil et de réaliser son implantation au sein du cryostat ELISE, tout en validant son utilisation avec la transparence du ru-

ban d'hydrogène et la focalisation lumineuse réalisée de part et d'autre du ruban. La

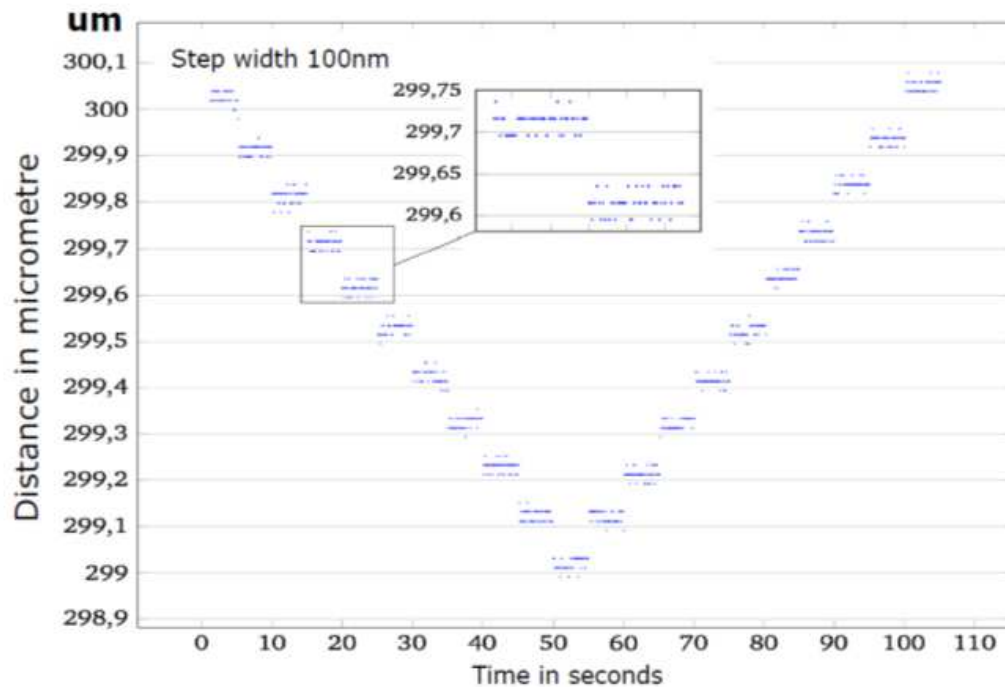


FIGURE D.1 – Résultats obtenus par l'équipe du GSI sur la mesure d'épaisseur de cibles métalliques par focalisation. La cible analysée subit un déplacement imposé à l'aide d'un moteur linéaire effectuant des pas de 100 nm. La reproductibilité de la mesure est inférieure à 50 nm, et la résolution du capteur est du même ordre de grandeur

reproductibilité de la mesure est inférieure à 50 nm.

Annexe E

Campagne expérimentale typique

heure	pression (bar)	T2 (K)	vitesse (mm/s)	chauffage haut (W)
13h30	129,9	31,5	2,3	3,28
13h45	129,9	31,9	2,5	3,38
14h00	129,9	32,6	2,5	3,48
14h15	129,9	33,2	2,5	3,6
14h25	129,9	33,6	2,5	3,6
14h35	129,9	34	2,5	3,7
14h38	129,9	34,6	2,5	3,7
15h	129,9	35,1	2,55	3,8
15h15	129,9	35,7	2,3	3,94
15h35	129,9	36,5	2,5	4,01
15h50	129,9	37,1	2,5	4,12
16h	129,9	37,6	2,5	4,22
16h15	129,9	38,1	2,5	4,32
16h30	129,9	38,7	2,5	4,42
16h50	130	39,6	2,5	4,45
17h	129,9	40	2,5	4,52
17h15	129,9	40,6	2,5	4,73
17h30	129,9	41,5	2,5	4,83
17h45	130,2	41,9	2,5	4,83
18h	129,9	42,6	2,5	4,94
18h15	129,9	43,1	2,5	5,04
18h30	129,9	43,9	2,5	5,2
18h45	129,9	44,4	2,5	5,24
19h	129,9	44,9	2,5	5,24
19h15	129,9	45,7	2,5	5,35
19h30	129,9	46,1	2,4	5,45
19h45	129,9	46,8	2,4	5,45
20h	129,9	47,3	2,4	5,55

FIGURE E.1 – mesures réalisées lors de la campagne expérimentale menée sur le cryostat SOPHIE le 16 avril 2014

Bibliographie

- [1] M. Caamaño, D. Cortina-Gil, W. Mittig, H. Savajols, M. Chartier, C. Demonchy, B. Fernández, M. Gómez Hornillos, A. Gillibert, B. Jurado, O. Kiselev, R. Lemon, A. Obertelli, F. Rejmund, M. Rejmund, P. Roussel-Chomaz, and R. Wolski. Resonance state in ^7H . *Phys. Rev. Lett.*, 99 :062502, Aug 2007.
- [2] A. Korshennikov, E. Nikolskii, E. Kuzmin, A. Ozawa, K. Morimoto, F. Tokanai, R. Kanungo, I. Tanihata, N. Timofeyuk, M. Golovkov, A. Fomichev, A. Rodin, M. Chelnokov, G. Ter-Akopian, W. Mittig, P. Roussel-Chomaz, H. Savajols, E. Pollacco, A. Ogloblin, and M. Zhukov. Experimental evidence for the existence of ^7H and for a specific structure of ^8He . *Phys. Rev. Lett.*, 90 :082501, Feb 2003.
- [3] Yu. YA. Milenko, R.M. Sibileva, and M.A. Strzhemechny. Natural ortho-para conversion rate in liquid and gaseous hydrogen. *Journal of low temperature Physics*, 107, Novembre 1997.
- [4] A. Gillibert, A. Corsi, F. Flavigny, C. Louchart, L. Nalpas, A. Obertelli, E.C. Pollacco, G. Authalet, J.-M. Gheller, D. Guillaume, V. Méot, O. Roig, I. Vinyar, and A. Lukin. Windowless thin solid-hydrogen target : Chymene. *European Physical Journal A*, 49(12) :1–8, 2013. cited By 0.
- [5] Tajima and Dawson. J.m laser electron accelerator. *Phys. Rev. Lett.*, 43 :267 – 270, 1979.
- [6] Malka V. et al. Electron acceleration by a wake field forced by an intense ultrashort laser pulse. *Science*, 298(5598) :1596 – 1600, 2002.
- [7] Malka V. Review of laser wakefield accelerator. In *4th international Particle accelerator Conference*. IPAC2013, (2013).
- [8] R.A. Snavely. Intense high-energy proton beams from petawatt-laser irradiation of solids. *Phys. Rev. Lett*, 85(14) :2945–2948, October (2000).

- [9] B. M. Hegelich, D. Jung, B. J. Albright, M. Cheung, B. Dromey, D. C. Gautier, C. Hamilton, S. Letzring, R. Munchhausen, S. Palaniyappan, R. Shah, H.-C. Wu, L. Yin, and J. C. Fernández. 160 MeV laser-accelerated protons from CH₂ nano-targets for proton cancer therapy. *ArXiv e-prints*, October 2013.
- [10] A. Henig, S. Steinke, M. Schnürer, T. Sokollik, R. Hörlein, D. Kiefer, D. Jung, J. Schreiber, B. M. Hegelich, X. Q. Yan, J. Meyer-ter Vehn, T. Tajima, P. V. Nickles, W. Sandner, and D. Habs. Radiation-pressure acceleration of ion beams driven by circularly polarized laser pulses. *Phys. Rev. Lett.*, 103 :245003, Dec 2009.
- [11] S. Kar, K. F. Kakolee, B. Qiao, A. Macchi, M. Cercez, D. Doria, M. Geissler, P. McKenna, D. Neely, J. Osterholz, R. Prasad, K. Quinn, B. Ramakrishna, G. Sarri, O. Willi, X. Y. Yuan, M. Zepf, and M. Borghesi. Ion acceleration in multispecies targets driven by intense laser radiation pressure. *Phys. Rev. Lett.*, 109 :185006, Nov 2012.
- [12] Michaël Carrié. *Accélértation de protons par laser ultra-haute intensité : étude et application au chauffage isochore*. PhD thesis, école doctorale ondes et matière, 2011.
- [13] T. Ceccotti, A. Lévy, H. Popescu, F. Réau, P. D’Oliveira, P. Monot, J. P. Geindre, E. Lefebvre, and Ph. Martin. Proton acceleration with high-intensity ultrahigh-contrast laser pulses. *Phys. Rev. Lett.*, 99 :185002, Oct 2007.
- [14] S. Fritzler, V. Malka, G. Grillon, J.P. Rousseau, F. Burgy, E. Lefebvre, E. dHumières, P. McKenna, and K.W.D. Ledingham. Proton beams generated with high-intensity lasers : Applications to medical isotope production. *Applied Physics Letters*, 83(15) :3039–3041, Oct 2003.
- [15] S. A. Gaillard, T. Kluge, K. A. Flippo, M. Bussmann, B. Gall, T. Lockard, M. Geissel, D. T. Offermann, M. Schollmeier, Y. Sentoku, and T. E. Cowan. Increased laser-accelerated proton energies via direct laser-light-pressure acceleration of electrons in microcone targets). *Physics of Plasmas*, 18(5) :–, 2011.
- [16] Santo Gammino. Proton and heavy ion acceleration driven by high intensity – short pulse lasers.
- [17] A Ben-Ismail, O Lundh, C Rechatin, JK Lim, J Faure, S Corde, and V Malka. Compact and high-quality gamma-ray source applied to 10 μ m-range resolution radiography. *Applied Physics Letters*, 98(26) :264101, 2011.

- [18] Malka V. Etat de l'art des accélérateurs à plasma laser.
- [19] G. M. Dyer, A. C. Bernstein, B. I. Cho, J. Osterholz, W. Grigsby, A. Dalton, R. Shepherd, Y. Ping, H. Chen, K. Widmann, and T. Ditmire. Equation-of-state measurement of dense plasmas heated with fast protons. *Phys. Rev. Lett.*, 101 :015002, Jul 2008.
- [20] A Lévy, F Dorchie, M Harmand, C Fourment, S Hulin, O Peyrusse, J J Santos, P Antici, P Audebert, J Fuchs, L Lancia, A Mancic, M Nakatsutsumi, S Mazevet, V Recoules, P Renaudin, and S Fourmaux. X-ray absorption for the study of warm dense matter. *Plasma Physics and Controlled Fusion*, 51(12) :124021, 2009.
- [21] A. Mancic, J. Robiche, P. Antici, P. Audebert, C. Blancard, P. Combis, F. Dorchie, G. Faussurier, S. Fourmaux, M. Harmand, R. Kodama, L. Lancia, S. Mazevet, M. Nakatsutsumi, O. Peyrusse, V. Recoules, P. Renaudin, R. Shepherd, and J. Fuchs. Isochoric heating of solids by laser-accelerated protons : Experimental characterization and self-consistent hydrodynamic modeling. *High Energy Density Physics*, 6(1) :21 – 28, 2010.
- [22] V. Malka, J. Faure, Y.A. Gauduel, E. Lefebvre, A. Rousse, and K.T. Phuoc. Principles and applications of compact laser-plasma accelerators. *Nature Physics*, 4(6) :447–453, 2008. cited By 159.
- [23] Victor Malka, Sven Fritzler, Erik Lefebvre, Emmanuel d’Humières, Régis Ferland, Georges Grillon, Claude Albaret, Samuel Meyroneinc, Jean-Paul Chambaret, Andre Antonetti, and Danièle Hulin. Practicability of protontherapy using compact laser systems. *Medical Physics*, 31(6) :1587–1592, 2004.
- [24] Luis O. Silva, Michael Marti, Jonathan R. Davies, Ricardo A. Fonseca, Chuang Ren, Frank S. Tsung, and Warren B. Mori. Proton shock acceleration in laser-plasma interactions. *Phys. Rev. Lett.*, 92 :015002, Jan 2004.
- [25] A. Obertelli and T. Uesaka. Hydrogen targets for exotic-nuclei studies developed over the past 10 years. *The European Physical Journal A*, 47(9), 2011.
- [26] P. Dolégiéviez, A. Gillibert, W. Mittig, X. Mougeot, A. Obertelli, F. de Oliveira, M. Ozille, Ph. Robillard, P. Roussel-Chomaz, and H. Savajols. A cryogenic target for direct reaction studies with exotic beams. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 564(1) :32–37, 2006. cited By 11.

- [27] S. Ishimoto, T. Kobayashi, K. Morimoto, I. Nomura, A. Ozawa, S. Suzuki, Y. Takahashi, I. Tanihata, and T. Tsuru. Windowless solid hydrogen target. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 480 :304–314, March 2002.
- [28] A. G. Krygier, J. T. Morrison, S. Kar, H. Ahmed, A. Alejo, R. Clarke, J. Fuchs, A. Green, D. Jung, A. Kleinschmidt, Z. Najmudin, H. Nakamura, P. Norreys, M. Notley, M. Oliver, M. Roth, L. Vassura, M. Zepf, M. Borghesi, and R. R. Freeman. Selective deuterium ion acceleration using the vulcan petawatt laser. *Physics of Plasmas*, 22(5) :–, 2015.
- [29] I.V. Vinyar and A.Ya. Lukin. Screw extruder for solid hydrogen. *Technical Physics*, 45(1) :106–111, 2000. cited By 12.
- [30] J.W Leachman. *Thermophysical properties and modeling of a hydrogenic pellet production system*. Mechanical engineering, University of Wisconsin-Madison, (2010).
- [31] Jean-Pierre Petit Jean Taine. *Transferts thermiques, mécanique des fluides anisothermes*. DUNOD, 1998.
- [32] Bastien Robet. Développement d’une stratégie de contrôle d’un système de production d’un film de glace d’épaisseur micrométrique. Technical report, Ecole Nationale Supérieure d’électrotechnique d’informatique d’hydraulique et des télécommunications/ Service des basses températures du CEA grenoble, 2013.
- [33] Friedt J-M. Auto et intercorrélation, recherche de ressemblance dans les signaux : application à l’identification d’images floutées.
- [34] S. Garcia, D.Chatain, and J-P. Perin. Continuous production of a thin ribbon of solid hydrogen. *Laser and Particle Beams*, 32 :569, Aug 2014.
- [35] S. Garcia, D.Chatain, and J-P. Perin. Continuous production of thin ribbon of solid hydrogen. Saint-Andrews, Ecosse, juillet 2014. TFM5.
- [36] S. Garcia, D.Chatain, and J-P. Perin. Solid hydrogen film production for laser target. Tokyo, Japon, septembre 2014. INTDS 2014.
- [37] S. Garcia, D.Chatain, J-P. Perin, M.Gibert, and B.Rousset. Thin film of solid hydrogen for laser target. Las Vegas, Etats-Unis, juillet 2015. 21st TFM.
- [38] S. Garcia, D.Chatain, J-P. Perin, M.Gibert, and B.Rousset. Production d’un film d’hydrogène solide. Aussois, France, mai 2015. 11 eme journées de cryogénie et de supraconductivité.

- [39] S. Garcia, D.Chatain, and J-P. Perin. Revue d'avant projet : réalisation du cryostat sophie. Grenoble, France, mai 2013. SBT.
- [40] S. Garcia. Séminaire d'avancement de thèse. Grenoble, France, avril 2014. CNRS.
- [41] S. Garcia. production of micron-sized films and pellet of solid hydrogen and its isotopes. Grenoble, France, décembre 2014. AERES 2014 au SBT.
- [42] Akademický bulletin. For the first time ever : Protons accelerated in the plasma produced from hydrogen ice by a laser. Prague, République tchèque, 27 aout 2015. Bulletin de l'académie des sciences de république tchèque.
- [43] European Union of Science Journalists' Association. For the first time ever : Protons accelerated in the plasma produced from hydrogen ice by a laser at the institute of plasma physics cas. Prague, République tchèque, 27 aout 2015. European Union of Science journalist association.

Table des figures

1	Composition ortho-para de l'hydrogène à l'équilibre en fonction de la température	12
2	Diagramme de phase de l'hydrogène Pour du normal hydrogène à l'équilibre thermodynamique.	13
3	Spectre de raies d'absorption de l'hydrogène gazeux dans le domaine du visible	14
4	Zeppelin Hindenburg s'embrasant le 6 mai 1937.	14
1.1	Comparaison entre un accélérateur classique et un accélérateur plasma [7]. La photo de gauche présente une cavité radiofréquence, tandis que l'image de droite est issue d'une simulation numérique du phénomène d'accélération plasma.	20
1.2	Courbe représentant les intensités laser au cours du temps depuis la découverte du laser à nos jours. Une évolution drastique a été réalisée suite à la découverte de la CPA par G. Mourou et D.Strickland à la fin des années 1980. Les valeurs affichées pour ELI sont estimées.	21
1.3	Principe de l'accélération de protons par le phénomène de la TNSA [16]	23
1.4	Radiographie gamma. De gauche à droite : CAO de la pièce de référence, radiographie réalisée par une source de 400 μm , radiographie obtenue avec une source de 50 μm . Source : [18]	25

1.5	Avantages de la protonthérapie vis à vis des autres techniques de traitement du cancer. L'absorption des rayons X et γ est progressive, si bien que l'irradiation touche aussi le tissu sain. Au contraire, les protons s'arrêtent à une certaine profondeur pour une énergie donnée et déposent le maximum d'énergie en fin de parcours. Ce pic dit de Bragg permet de n'affecter que très peu les tissus en amont de la zone ciblée, c'est à dire la tumeur (B) et d'épargner les tissus sains (A) situés après celle-ci. La distance à laquelle s'applique ce pic dépend uniquement de l'énergie des particules incidentes. En modulant (variant) l'énergie des protons, on diminue la hauteur du pic de Bragg mais on augmente l'épaisseur de la tranche où l'irradiation est plus forte ©IN2P3.	27
1.6	à gauche : principe de formation des cibles minces d'hydrogène solide développées au GANIL, à droite : vue d'ensemble du système, entourée d'un écran thermique à 80 K	30
1.7	Schéma de principe d'utilisation de la cellule SH TRICK	31
1.8	Cellule permettant la formation d'hydrogène solide développée au GSI. L'hydrogène se solidifie au sein du cône. cette figure est extraite d'une présentation réalisée à la conférence INTDS 2014 à tokyo.	33
1.9	Principe d'extrusion du système à vis sans fin développé par le laboratoire PELIN	35
1.10	Diagramme épaisseur-pureté des différentes cibles développées au cours des 15 dernières années [25]. L'épaisseur est directement liée à la densité surfacique et est donnée en nombre d'atomes par cm^2 . Pour une meilleure compréhension, en considérant une densité du solide fixée à $90\text{ kg}/m^3$, cette échelle a également été convertie en mm	38
2.1	Contrainte limite de cisaillement en fonction de la température pour l'hydrogène, ses isotopes et le néon [30]	41
2.2	Principe d'extrusion d'un solide simple	42
2.3	Principe d'extrusion de SOPHIE. A l'intérieur de la cellule, les zones bleu foncé, bleu clair et orange représentent respectivement les phases solide, liquide et gaz. Les échangeurs thermiques en bleu et orange ont des températures respectivement inférieures et supérieures au point de solidification.	43

2.4	Diagramme de phase de l'hydrogène. En pointillés rouges et trait plein noir : ligne d'iso-densité à 87 g/l et 76 g/l, pour des conditions de remplissage initiales représentés respectivement par les points verts. Points rouges : points d'un fonctionnement à 200 bar	45
2.5	Schéma de principe du cryostat SOPHIE montrant les différents circuits, capteurs et actionneurs. TTXXX représente un thermomètre, PTXXX un capteur de pression, WXXX un chauffage, FTXXX un débitmètre régulateur PSXXX un pompage secondaire, HVXXX est une vanne manuelle et PSVXXX une soupape	46
2.6	Description du cryostat SOPHIE. (a) photo de l'installation SOPHIE, prête à fonctionner. (b) Vue 3D du cryostat. (c) Vue en coupe du cryostat avec ses divers composants.	47
2.7	Vue en coupe et description de la cellule SOPHIE.	48
2.8	(a) Vue CAO 3D de l'implantation des capteurs de pression de la cellule (b) Photo de la cellule SOPHIE, montée sur la croix 6 voies permettant l'observation du ruban d'hydrogène suivant deux directions au travers de hublots en saphir.	49
2.9	(a) vue 3D d'une demi-buse. (b) Vue 3D de l'assemblage des demi-buses dans le corps de buse. (c) et (d) Photos d'une buse d'extrusion, composée de 3 parties.	50
2.10	tableau de vannes SOPHIE	52
2.11	(a) Bilan thermique des puissances mises en jeu sur la cellule. (b) Vue en coupe de la cellule SOPHIE avec ses différents éléments présentés . .	54
2.12	Propriétés de l'hydrogène sous 10 bar en fonction de la température. Les conductivités et densités sont supposées constantes dans la phase solide (pour des températures inférieures à 14,5 K à cette pression). Les changements de phase sont pris en compte lors des discontinuités de chaleur spécifique	59
2.13	Front de solidification de l'hydrogène en fonction du temps : (a) 2750 s, (b) 3050 s, (c) 3350 s, (d) 3650 s, (e) 4550 s	60
2.14	Variation de la température T2 au sein de la cellule afin de conserver une pression constante de 130 bar au cours du temps. Les calculs ont été réalisés à partir du programme Excel	64

2.15	Schéma explicatif de la géométrie utilisée dans le modèle établi	65
2.16	Schéma de principe du cryostat ELISE. ZT500 représente un capteur de déplacement linéaire et M500 est le moteur pilotant le système de montée-descente du cryostat. ZSH et ZSL sont des capteurs de fin de course. L'écran thermique est représenté en rouge, et la limite du vide du cryostat est représenté en vert	67
2.17	Description du montage du cryostat ELISE. (a) Système de montée-descente à base de courroie crantée et vis à billes.(b) Photo de la vanne thermique permettant de fermer la cellule une fois remplie. (c) montage et câblage de la cellule avec la vanne thermique. (d) installation de l'ensemble cellule sur le soufflet.	68
2.18	Description du montage du cryostat ELISE. (a) mise en place de l'écran thermique, entouré de super-isolant (b) Installation de l'ensemble dans la chaussette en inox. (c) installation de l'écran thermique autour du soufflet. (d) Fermeture du cryostat, après l'installation de l'écran thermique autour du soufflet.	69
2.19	Photo de la cellule ELISE	70
2.20	(a) Vue 3D d'une demi-buse cylindrique. (b) Vue 3D des deux demi-buses cylindriques assemblées dans le corps de buse. (c) et (d) Photos de deux jeux de demi-buses cylindriques de 200 micromètres de diamètre final	71
2.21	Photos de deux jeux de demi-buses rectangulaires de section de passage de (a) $1 \times 0,046 \text{ mm}^2$ et (b) $1 \times 0,019 \text{ mm}^2$	72
2.22	Représentation d'une pièce pour un système de régulation	74
2.23	(a) Représentation d'un système complet, composé de plusieurs pièces. (b)Schéma Entrées-Sorties d'un système, en vue de sa régulation par commande avancée	75
2.24	Assemblage complet des éléments composants la cellule SOPHIE	76
2.25	Simulation du rejet de la perturbation avec un débit constant	77
3.1	Schéma du système de visualisation des rubans d'hydrogène solide en configuration ELISE	81
3.2	Camera Pike haute résolution avec son objectif pentax 200 mm	82

3.3	Camera rapide Point Grey Grasshopper haute résolution avec son objectif pentax 200 mm	83
3.4	(a) Panneau de led (b) Système d'alimentation et de commande du panneau de led	86
3.5	Photo de profil d'un ruban d'hydrogène de 1 mm x 100 μm , obtenue avec la caméra Photron Fastcam SA5 et l'objectif QUESTAR QM100. L'échelle est de 3,8 μm /pixel. Le ruban est extrudé à 130 bar et la buse est à 12 K.	87
3.6	(a) Pointage par l'utilisateur des extrémités de la buse de 1 mm, vue de profil et de la zone de défaut d'alignement. (b) zoom permettant la recherche de l'angle du défaut d'alignement.	89
3.7	Courbe rouge : niveau de gris traité en fonction de la position x, en pixels, pour une position y=223 px fixée. Le niveau de gris du fond de l'image est soustrait à chaque pixel. La valeur absolue du résultat est ensuite affichée. Courbe bleue : gradient des niveaux de gris de la courbe précédente. La distance d1 correspond à la mesure réalisée par la méthode des maximums, tandis que la distance d2 est celle obtenue avec la méthode des gradients.	90
3.8	Courbe bleue : mesure de l'épaisseur en fonction de la position verticale y de la zone de travail par la méthode des gradients. La moyenne obtenue est de 118,5 μm , et l'écart type est de 2,6 μm (soit 0,67 px). Courbe rouge : mesure de l'épaisseur en fonction de la position verticale y de la zone de travail par la méthode des maximums. La moyenne obtenue est de 100,66 μm , et l'écart type est de 7 μm (soit 1,8 px).	91
3.9	Moyenne des mesures réalisées par la méthode des gradients sur 413 images consécutives en fonction de la position verticale y par la méthode des gradients (courbe bleue) et celle des maximums (courbe rouge). . .	92
3.10	Moyenne des mesures réalisées sur l'ensemble des 200 positions verticales, en fonction du numéro de l'image analysée par la méthode des gradients (courbe bleue : moyenne : 125,4 μm et écart type 4,06 μm) et celle des maximums (courbe rouge : moyenne : 104,76 μm et écart type 5,2 μm) La fréquence d'acquisition est de 100 images/s et le ruban défile à une vitesse d'environ 3 mm/s.	93

3.11	Evolution de l'épaisseur au cours du temps calculée à partir du débit masse résultant de l'évolution $T2(t)$ présentée en figure 2.14 pour une vitesse de 2,5 mm/s, une largeur de ruban de 1 mm. Les mesures expérimentales sont présentées en annexe E.1	95
3.12	(a) Ruban avec des défauts visibles. (b) Ruban avec très peu de défauts visibles. Photos prises avec l'objectif Pentax 200mm et la caméra PIKE, à une distance de travail de 1,2 m et avec une résolution de 45 μm . . .	96
3.13	Ces deux signaux peuvent s'apparenter à une impulsion de RADAR, le signal émis se situerait sur le graphique du milieu tandis que le signal récupéré après un certain temps de vol et une réflexion se situerait sur celui du dessus. Sur le dernier graphique l'inter-corrélation entre le signal émis et le signal reçu est non-nul que lorsque le signal reçu ressemble au signal émis. Le maximum d'inter-corrélation indique le retard (ou temps de vol) entre impulsion émise et reçue. Source : [33]	98
3.14	(a) Figure d'inter-corrélation normée de deux images successives lors de l'écoulement du ruban. Les pointillés noirs représentent le milieu de la figure, correspondant à un déplacement nul suivant les axes verticaux et horizontaux. Le maximum de corrélation est représenté en jaune. A mesure que l'on se rapproche du bleu, la valeur de la corrélation diminue. Le déplacement vertical du motif est indiqué entre les deux lignes pointillées horizontales. (b) Zoom de la figure d'inter-corrélation autour de son maximum, représenté en jaune. La courbe pointillée rouge présente la position verticale de ce maximum. A mesure que l'on se rapproche du bleu, la valeur de la corrélation diminue.	100
3.15	Figure d'inter-corrélation réalisée pour le déplacement suivant l'axe y. Le trait pointillé noir représente l'ordonnée du centre de la figure d'inter-corrélation	101
3.16	(a) Courbe de mesure de vitesse d'écoulement en fonction du temps. (b) Visualisation d'une des photos analysées correspondant à la courbe calculée, réalisée avec la caméra PIKE et l'objectif Pentax 200 mm, à une distance de travail de 1,2 m et une résolution de 45 μm	102

3.17	Débitmètre installé en sortie de la pompe primaire branchée sur le vide hydrogène. Un système de by-pass permet de faciliter le pompage lors du prévidage de l'installation	104
3.18	(a) cylindre d'hydrogène de 90 μm de diamètre (mesure) obtenu par extrusion (b) géométrie du canal d'extrusion. La buse est en laiton et mesure 140 μm de diamètre uniquement sur une hauteur de 200 μm . Vidéo réalisée avec la caméra PIKE et l'objectif sigma f8 mirror à une distance de travail de 1,5 m et une résolution de 22 μm	105
3.19	Mesure de vitesse pour une buse de 140 μm de diamètre et une température de buse de 12,7 K. La température du bas de la cellule étant fixée à 11,3 K.	106
3.20	Évolution de la vitesse d'écoulement en fonction de la pression pour différentes températures de buse.	108
3.21	Rubans d'hydrogène solide observés avec une intensité lumineuse, et un contraste différent. Les conditions d'extrusions sont identiques pour les 4 images (une pression de 140 bar, une buse à 12 K et une vitesse de l'ordre de 2 mm/s). Vidéos réalisées à l'aide de la caméra PIKE et de l'objectif Pentax 200 mm à une distance de 1,2 m avec une résolution de 40 μm	110
3.22	Schéma explicatif du phénomène de vidange	111
3.23	Évolution de la vitesse d'écoulement en fonction de la pression pour différentes températures de la buse de $1 \times 0,062 \text{ mm}^2$. Les barres d'erreur sont obtenues à l'aide de l'écart type résultant de l'algorithme de mesure	113
3.24	Comparaison entre l'analyse d'un ruban de qualité moyenne (a) présentant des impuretés et un ruban de qualité médiocre (b) présentant davantage d'irrégularités. Vidéos réalisées à l'aide de la caméra PIKE et de l'objectif Pentax 200 mm à une distance de 1,2 m, avec une résolution de 40 μm	114
3.25	Tableau récapitulatif des campagnes menées au cours de cette thèse . .	115

4.1	Comparaison comportementale d'écoulement de fluides newtoniens et non-newtoniens en régime laminaire. Les fluides rhéo-épaississant voient leur viscosité augmenter en fonction de la contrainte appliquée, contrairement aux fluides rhéo-fluidifiants. Le fluide de Bingham s'écoule seulement lorsqu'il a dépassé un certain seuil de contrainte.	119
4.2	Évolution de la vitesse d'écoulement en fonction de la pression pour différentes températures de buse.	120
4.3	(a) géométrie axisymétrique de la cellule. De gauche à droite, les différents diamètres de passage de l'hydrogène sont de 21 mm, 3 mm, 2 mm et 1 mm avant d'atteindre les 360 μm (b) maillage du modèle géométrique. Celui-ci a été affiné au niveau de la buse d'extrusion. (c) zoom sur le maillage du bout de la buse d'extrusion.	122
4.4	Variation de l'indice de rhéo-fluidification n	124
4.5	Variation de la constante d'ajustement pour $n=0,25$	125
4.6	Comparaison entre la simulation numérique du modèle dédié et des mesures expérimentales réalisées à 12K.	127
4.7	Comparaison entre la simulation numérique du modèle dédié et des mesures expérimentales réalisées à différentes températures pour $n=0,25$ et $\lambda=0,078\text{s}$	128
4.8	Sensibilité de l'exposant sur les résultats obtenus. La courbe Bingham pur correspond à un exposant égal à $n=1$ et une constante d'ajustement de 1 s.	129
4.9	Résultats obtenus avec le modèle dédié pour une buse d'une section équivalent à $1 \times 0,062 \text{ mm}^2$	130
5.1	schéma de principe de la mesure par focalisation laser.	136
5.2	(a) Les équipes de PALS, d'ELI Beamlines et du SBT ayant réalisé les premiers tirs lasers sur les cibles d'hydrogène solide (b) Rappel du principe de l'accélération de protons par le phénomène de la TNSA [16] (c) Premier interférogramme d'expansion d'un plasma généré à l'aide d'un laser (200 Joules/ 350 picosecondes) et d'une cible d'hydrogène solide	139
A.1	Tableau 1 de l'annexe II de la DESP	143
A.2	Procédure d'évaluation selon la DESP	144

B.1	A gauche : Conditions limites imposées à la cellule pour le calcul par éléments finis. A droite : Maillage utilisé lors des calculs par éléments finis	145
B.2	A gauche : Contraintes de Von Mises obtenues au sein de la cellule complète. A droite : Zoom sur la partie inférieure de la cellule.	146
C.1	Installation d'une cible entre une source Alpha et le capteur	147
C.2	Mesure d'épaisseur par transmission de particules alpha sur de l'hydrogène solide. La diminution de perte d'énergie au cours du temps correspond à la diminution d'épaisseur due à la sublimation de la cible statique mesurée.	148
D.1	Résultats obtenus par l'équipe du GSI sur la mesure d'épaisseur de cibles métalliques par focalisation. La cible analysée subit un déplacement imposé à l'aide d'un moteur linéaire effectuant des pas de 100 nm. La reproductibilité de la mesure est inférieure à 50 nm, et la résolution du capteur est du même ordre de grandeur	150
E.1	mesures réalisées lors de la campagne expérimentale menée sur le cryostat SOPHIE le 16 avril 2014	151

Nomenclature

\dot{m}	Débit massique ($kg.s^{-1}$)
ϵ_0	Constante diélectrique du vide ($8,85 * 10^{-12} A^{-2}.s^4.kg^{-1}.m^{-3}$)
\hbar	Constante de Planck réduite ($1,054 * 10^{-34} J.s$)
λ	Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
μ	Viscosité dynamique ($Pa.s^{-1}$)
ρ	Masse volumique ($kg.m^{-3}$)
ρ_{mol}	Densité molaire($kg.mol^{-1}$)
τ	Contrainte de cisaillement d'un matériau (Pa)
A_n	Nombre d'Avogadro ($6,02 * 10^{23} mol^{-1}$)
c	Vitesse de la lumière ($m.s^{-1}$)
C_p	Chaleur spécifique à pression constante ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)
D_{H_2}	Densité d'atomes
$\dot{\gamma}$	taux de déformation (s^{-1})
e	Charge élémentaire ($1,602 * 10^{-19} C$)
E_b	Champ électrique généré par le laser ($V.m^{-1}$)
H	Enthalpie massique ($J.kg^{-1}$)
I_b	Intensité laser ($W.cm^{-2}$)
m	Masse d'une particule (kg)
m_e	Masse d'un électron (kg)

n	Indice de rhéo-fluidification
r_b	Rayon atomique de Bohr (m)
T	Température (K)
v	Vitesse ($m.s^{-1}$)
A	Nombre de nucléons par atome
Q	Débit volumique ($m^3.s^{-1}$)
Z	Nombre de protons par atome

Publications liées au manuscrit

Article de journaux

S. Garcia, D.Chatain, and J-P. Perin. Continuous production of a thin ribbon of solid hydrogen. *Laser and Particle Beams*, 32 :569, Aug 2014

Conférences internationales

S. Garcia, D.Chatain, and J-P. Perin. Continuous production of thin ribbon of solid hydrogen. Saint-Andrews, Ecosse, juillet 2014. TFM5

S. Garcia, D.Chatain, and J-P. Perin. Solid hydrogen film production for laser target. Tokyo, Japon, septembre 2014. INTDS 2014

S. Garcia, D.Chatain, J-P. Perin, M.Gibert, and B.Rousset. Thin film of solid hydrogen for laser target. Las Vegas, Etats-Unis, juillet 2015. 21st TFM

Conférences nationales

S. Garcia, D.Chatain, J-P. Perin, M.Gibert, and B.Rousset. Production d'un film d'hydrogène solide. Aussois, France, mai 2015. 11 eme journées de cryogénie et de supraconductivité

S. Garcia, D.Chatain, and J-P. Perin. Revue d'avant projet : réalisation du cryostat sophie. Grenoble, France, mai 2013. SBT

S. Garcia. Séminaire d'avancement de thèse. Grenoble, France, avril 2014. CNRS

Posters

S. Garcia. production of micron-sized films and pellet of solid hydrogen and its isotopes. Grenoble, France, décembre 2014. AERES 2014 au SBT

Articles de presse

Akademický bulletin. For the first time ever : Protons accelerated in the plasma produced from hydrogen ice by a laser. Prague, République tchèque, 27 août 2015. Bulletin de l'académie des sciences de république tchèque

European Union of Science Journalists' Association. For the first time ever : Protons accelerated in the plasma produced from hydrogen ice by a laser at the institute of plasma physics cas. Prague, République tchèque, 27 août 2015. European Union of Science journalist association

Enseignements

Encadrement de Travaux pratiques de première année de génie thermique à L'université Joseph Fourier de Grenoble, 25 heures

Résumé

Il est possible d'obtenir des faisceaux de protons énergétiques lors de l'interaction d'un laser sur une cible d'hydrogène solide. Ces faisceaux de protons pourraient être utilisés par exemple pour soigner certains cancers. Cette technique pourrait remplacer dans les années à venir les gros accélérateurs de particules situés en sous-sol des hôpitaux. Les travaux menés durant cette thèse ont permis de développer un moyen d'obtenir et de caractériser des cibles d'hydrogène solide adéquates à une telle utilisation en utilisant un procédé d'extrusion sans partie mobile.

Les premiers rubans d'hydrogène solide d'une largeur de 1 mm et d'une épaisseur de 100 μm ont été obtenus en 2014. Le dispositif a ensuite été modifié dans le but d'atteindre des épaisseurs de rubans plus faibles. Des outils de caractérisation de vitesse et d'épaisseur ont par la suite été mis en place et des simulations numériques ont permis l'établissement d'un modèle comportemental lors de la phase d'extrusion.

Mots clés : cibles cryogéniques, rubans d'hydrogène, faisceau de protons

Abstract

Laser-matter interaction with solid hydrogen target can generate energetic proton beams. These proton beams could be used for example to destroy cancerous tumor and this technique could replace in the next years huge particle accelerators situated underground the equipped hospitals. This PhD thesis was about developing a way to get and characterize solid hydrogen ribbons for such application, using a new extrusion process, without any moving part.

First solid hydrogen ribbons (1 mm large and a thickness of 100 μm) have been obtained in 2014. An upgraded version has been realized to achieve smaller ribbon thicknesses. New geometries and characterizing tools have been developed to measure the ribbon thickness and velocity. Numerical simulations have also been carried out to establish the flow behavior of solid hydrogen during the extrusion process.

Keywords : Cryogenic targets; hydrogen ribbons; proton beams

